

UNIVERSITÉ DU QUÉBEC

THÈSE PRÉSENTÉE À  
L'UNIVERSITÉ DU QUÉBEC À CHICOUTIMI  
COMME EXIGENCE PARTIELLE DU DOCTORAT EN INGÉNIERIE

PAR  
YAZID HADJADJ

EXPLORATION DE TECHNIQUES PHYSICOCIMIQUES ET CONCEPTION D'UN  
CAPTEUR EN LIGNE POUR LE DIAGNOSTIC DES TRANSFORMATEURS DE  
PUISSANCE

AVRIL 2015

## RÉSUMÉ

Les transformateurs de puissance sont des composants essentiels du réseau de transport d'énergie qui se trouvent au cœur de la livraison sûre, efficace et sécurisée de l'énergie électrique. Sans entretien approprié et sécurisé, la lumière peut s'éteindre tout simplement.

L'âge avancé de ces transformateurs, associé à la demande sans cesse croissante en électricité au cours de ces dernières années, augmente le risque de voir les plus vieux équipements tomber en panne et entraîner d'importantes coupures d'électricité. Cela soulève des inquiétudes tant au niveau de l'approvisionnement énergétique, de l'environnement qu'au niveau des investissements. L'indisponibilité d'un transformateur de puissance a généralement de lourdes conséquences financières pour les exploitants et les utilisateurs des réseaux électriques. Il est donc important de procéder à des analyses et maintenances pour améliorer la disponibilité d'énergie électrique. Les isolants utilisés dans la fabrication des transformateurs, qu'ils soient solides (papier, carton) ou liquides (huile), subissent avec le temps une altération chimique sous l'influence de contraintes thermiques, électriques et d'autres agents tels que l'oxygène et l'humidité. La détection précoce de la détérioration du système d'isolation permet d'effectuer les opérations de maintenance appropriées, qui ont pour conséquence de limiter au maximum les arrêts imprévus provoqués par les défaillances. Pour ces raisons, de nombreuses méthodes de diagnostic ont été développées en vue de contrôler l'état des transformateurs.

Cette thèse propose des méthodes alternatives fiables, économiques et plus rapides pour évaluer l'état de dégradation du système isolant (huile/ papier). Dans ce contexte, un capteur capacitif interdigité pour surveiller l'état du papier imprégné d'huile a fait l'objet de ce travail. Ce capteur est basé sur la mesure de facteur de dissipation ( $\tan \delta$ ). Dans le même concept, les pôles de la réponse diélectrique ont été utilisés comme un nouveau paramètre, indépendant de la géométrie, pour évaluer l'état du papier imprégné. Les résultats obtenus ont montré que le capteur est capable de détecter la dégradation du papier imprégné d'huile. À partir de mesures effectuées sur des échantillons de papier imprégné

d'huile neuve et vieillie, il a été montré que les pôles peuvent être considérés comme indicateur de vieillissement du papier imprégné d'huile.

Actuellement, une des façons la plus simple pour déterminer l'état du transformateur est d'utiliser l'huile isolante comme moyen de diagnostic. Dans cette thèse de doctorat, une série d'expériences ont été réalisées dans des conditions de laboratoire contrôlées. La qualité de l'huile isolante a été évaluée avec de nouvelles méthodes de diagnostic, il s'agit ici de la spectrophotométrie UV/ VIS et la turbidité, ainsi que de méthodes traditionnelles utilisant la tension interfaciale (IFT) et l'acidité (AN). À partir des résultats obtenus, des corrélations ont été observées entre les nouvelles méthodes et les méthodes traditionnelles.

Les résultats indiquent que la spectrophotométrie UV/VIS et la turbidité peuvent être éventuellement utilisées comme indice efficace pour l'évaluation de la dégradation de l'huile isolante. Sur ce, des limites fournissant une «image» de l'état l'huile ont été suggérées.

La mesure de la teneur en eau a été aussi explorée dans cette thèse. La spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (IRTF) a été utilisée comme outil pour la détermination de la teneur en eau ainsi que l'état de l'huile isolante. La méthode utilisée pour déterminer la teneur en eau est basée sur l'extraction de l'humidité contenue dans l'huile à l'aide d'un solvant (acétonitrile). Les résultats obtenus montrent qu'il est possible de prédire avec précision la teneur en eau de l'huile à partir de la spectroscopie IRTF. Une corrélation directe entre l'acidité de l'huile et l'absorbance IRTF à  $1710\text{ cm}^{-1}$  a été observée.

## ABSTRACT

Power transformers are a critical component of the transmission grid and central to the safe, efficient and secure delivery of electric power. Without proper maintenance and security of these components, the electrical system can grind to a halt. The actual age of the installed transformers, associated with the growing demand for electricity in recent years, increases the risk of failure and potential power outages. The unavailability of a power transformer usually has serious financial consequences for both electricity networks operators and users. Since they are extremely expensive devices, it is much less expensive to conduct analysis and maintenance compared to the cost of an interruption of electricity supply as a result of transformer failure. Under the influence of heat and other agents such as oxygen and moisture, the insulating material used in transformers, whether solid (paper, pressboard) or liquid (oil), undergo physicochemical changes in its properties. Early detection of insulation system deterioration allows carrying out the appropriate maintenance actions. These actions lead to minimize unscheduled downtime that causes significant problems. For these reasons, many diagnostic methods have been developed to monitor the transformers conditions.

This thesis proposes alternative, reliable, economic and fast methods to assess the condition of the insulation system (oil / paper). In this context, a capacitive interdigital sensor to monitor the condition of oil-impregnated paper condition has been proposed. This study is based on the measurement of the dielectric dissipation factor ( $\tan \delta$ ). In the same concept, the poles derived from the dielectric response were used as a new parameter, independent of geometry, for the impregnated paper condition assessment. The obtained results have shown that the sensor is capable of detecting the degradation of oil-impregnated paper. From the investigations performed on new and aged oil paper samples, it was shown that poles can be regarded as insulation aging indicator.

One of the simplest ways to access the condition the transformer is to use the insulating oil as diagnostic medium. In this contribution, a series of experiments have been performed under controlled laboratory conditions. The quality of the insulating oil was evaluated with alternative diagnosis methods, such as UV/Vis spectrophotometer and turbidity, as well as traditional methods using interfacial tension (IFT) and acidity (AN). From the obtained results, correlations were found between some of them. The results indicate that UV/Vis spectrophotometer and turbidity, which change with a higher rate than interfacial tension (IFT) and Acid Number (AN) values, can be possibly used as an effective index for insulating oil degradation assessment. Limits are suggested which provide a “picture” of the oil condition. In the same way, Fourier transform infrared spectroscopy (FTIR) was used to assess water content and the condition of the insulating oil. The method used to determine the water content is based on the extraction of the moisture containing in the oil using a solvent (acetonitrile). The results shows that the water content can be accurately predicted using FTIR spectroscopy extraction method. A direct relationship between the acidity of the oil and FTIR absorbance at  $1710\text{ cm}^{-1}$  was also observed.

## REMERCIEMENTS

Je tiens tout d'abord à adresser mes plus vifs remerciements à mon directeur de thèse, le professeur Issouf Fofana, titulaire de la chaire ISOLIME, pour avoir suivi et orienté mes travaux. Ses conseils prodigués, sa rigueur scientifique et sa clairvoyance m'ont beaucoup appris. Merci infiniment Monsieur Issouf Fofana.

Je tiens à exprimer ma sincère reconnaissance au Docteur Fethi Meghnefi, professeur associé à l'UQAC et chercheur à ISOLIME pour son appui professionnel et technique, ainsi que sa contribution à l'avancement de ce travail de recherche.

Mes remerciements vont également à M. Christophe Volat, professeur à l'UQAC, pour sa disponibilité et sa présence à tous mes séminaires. Ses remarques ont permis d'améliorer certains aspects de cette thèse. Je voudrais remercier le professeur Denis Bussièrès du département des sciences fondamentales à l'UQAC pour son soutien professionnel et sa disponibilité. Je remercie M. Frederick van de Voort ancien professeur à l'université de McGill, avec qui j'ai eu des échanges fructueux sur certains aspects de mon travail de thèse. Ses connaissances en spectroscopie IRTF m'ont permis d'apprendre davantage sur cette technique et m'ont beaucoup aidé à agrémenter la partie rédactionnelle de la thèse.

J'adresse mes remerciements aux membres du comité d'évaluation qui m'ont fait l'honneur de participer au Jury de soutenance.

J'adresse toute ma gratitude à tous mes ami(e)s chercheurs et stagiaires et à toutes les personnes que j'ai eu le plaisir de côtoyer durant ces années à ISOLIME. Je remercie Madame Marie Lucia Yapi pour son assistance, son encouragement et pour ses qualités humaines.

Enfin, les mots les plus simples étant les plus forts, j'adresse toute mon affection à ma famille, et en particulier à mes parents. Je voudrais adresser mes remerciements à mes sœurs et frères Nassima, Zahia, Noureddine, Yacine et Chouaib ainsi qu'à leurs familles pour le soutien moral et les encouragements tout au long de mes études.

## TABLE DES MATIÈRES

<b>RÉSUMÉ</b> .....	I
<b>REMERCIEMENTS</b> .....	V
<b>TABLE DES MATIÈRES</b> .....	VI
<b>LISTE DES TABLEAUX</b> .....	X
<b>LISTE DES FIGURES</b> .....	XIII
<b>LISTE DES ABRÉVIATIONS ET SYMBOLS</b> .....	XVI
 <b>CHAPITRE 1: INTRODUCTION GÉNÉRALE</b> .....	 1
1.1. Introduction .....	2
1.2. Originalité .....	4
1.3. Organisation de la thèse .....	6
 <b>CHAPITRE 2 : LES TRANSFORMATEURS DE PUISSANCE</b> .....	 8
2.1. Introduction .....	9
2.2. Rôle et différents types de transformateurs de puissance .....	9
2.3. Constitutions .....	11
2.4. Causes de défaillances .....	12
2.5. Isolation huile/ papier .....	14
2.5.1. Huile isolante .....	15
2.5.2. Le papier isolant .....	17
2.6. Phénomènes de Vieillissement .....	18
2.6.1. Dégradation de l'huile minérale isolante .....	18
2.6.2. La dégradation du papier isolant .....	19
2.6.3. Vieillissement du complexe huile/ papier .....	21
2.7. Diagnostic et surveillance de l'état des transformateurs .....	24
2.8. Conclusion .....	25

<b>CHAPITRE 3 : TECHNIQUES ANALYTIQUES UTILISÉES .....</b>	<b>27</b>
3.1. Introduction.....	28
3.2. Dispositifs et méthodes de diagnostic.....	29
3.2.1. Humidité .....	29
3.2.2. Indice d'acidité .....	32
3.2.3. La tension interfaciale.....	34
3.2.4. La couleur .....	35
3.2.5. Facteur de dissipation et spectroscopie diélectrique.....	36
3.2.6. Degré de polymérisation (DP <sub>v</sub> ).....	40
3.3. Nouvelles méthodes de diagnostic non destructives.....	44
3.3.1. La spectrophotométrie ultraviolet/visible .....	44
3.3.2. La turbidité.....	47
3.4. Conclusion .....	51
 <b>CHAPITRE 4 : ÉTUDE DE LA FAISABILITÉ D'UN CAPTEUR POUR LA .....</b>	 <b>53</b>
<b>SURVEILLANCE EN LIGNE DES TRANSFORMATEURS DE PUISSANCE .....</b>	<b>53</b>
4.1. Introduction.....	54
4.2. Choix du capteur .....	55
4.3. Principe des capteurs interdigités .....	57
4.4. Estimation des capacités par la méthode des capacités partielles.....	59
4.5. Conception et fabrication du capteur .....	63
4.5.1. Simulation numérique des capteurs .....	63
4.5.2. Calculs Analytiques .....	67
4.5.3. Procédure de conception.....	67
4.6. Partie Expérimentale et mesures réalisées sur les capteurs .....	70
4.7. Résultats et discussions.....	72
4.7.1. Facteur de dissipation en fonction de vieillissement .....	72
4.7.2. Étude de l'influence des produits d'oxydation de l'huile et de la dégradation du ..... papier sur la réponse diélectrique .....	76
4.7.3. Circuit équivalent du système isolant et proposition d'un nouveau paramètre..... diélectrique .....	80
4.7.4. Répétabilité et reproductibilité.....	87
4.8. Conclusion .....	89



## **CHAPITRE 5 : ÉTUDE DE CLASSIFICATION DE LA QUALITÉ DE L'HUILE À... PARTIR DE LA SPECTROPHOTOMÉTRIE UV/VIS ET DE LA TURBIDITÉ.....91**

5.1. Introduction.....	92
5.2. Classification de l'état de l'huile selon les méthodes traditionnelles .....	93
5.3. Partie expérimentale .....	101
5.3.1. Matériaux utilisés.....	101
5.3.2. Procédure de vieillissement thermique accéléré.....	102
5.4. Résultats et discussions.....	104
5.4.1. Relation entre la tension interfaciale (IFT) et les nouvelles méthodes.....	106
5.4.2. Relation entre l'acidité (AN) et les nouvelles méthodes .....	108
5.4.3. Classification de l'huile en fonction de DDP et de la turbidité.....	111
5.4.4 Validation des nouveaux critères de classification avec des huiles vieilles au .....	laboratoire .....
5.4.5. Validation avec des huiles provenant des transformateurs en service.....	117
5.5. Conclusion .....	121

## **CHAPITRE 6 : DÉTERMINATION DE LA TENEUR EN EAU ET DE L'ACIDITÉ .. DE L'HUILE PAR SPECTROSCOPIE INFRAROUGE À TRANSFORMÉE DE ..... FOURIER (IRTF).....123**

6.1. Introduction.....	124
6.2. La spectroscopie Infrarouge à Transformé de Fourier IRTF.....	126
6.3. Utilisation de la spectroscopie IRTF .....	128
6.4. Modes vibrationnelles et bandes d'absorption de la molécule d'eau.....	129
6.5. Évaluation multivariée des données par chimiométrie .....	131
6.6. Méthodologie pour la détermination de l'humidité avec IRTF.....	135
6.6.1. Produits et matériels utilisés .....	135
6.6.2. Procédure de préparation et protocole analytique.....	136
6.6.3. Saisie des spectres.....	137
6.7. Résultats et discussions.....	138
6.7.1. Modèles de régression linéaire .....	138
6.7.2. Estimation de la teneur en eau en utilisant la régression PLS .....	145
6.7.3. Répétabilité et reproductibilité.....	149
6.8. Détermination de l'acidité de l'huile minérale des transformateurs avec l'IRTF .....	150

6.8.1. Procédure de mesure et d'analyse .....	150
6.8.2. Résultats et discussion .....	150
6.9. Conclusion .....	154
<b>CHAPITRE 7 : CONCLUSIONS GÉNÉRALES ET RECOMMANDATIONS.....</b>	<b>155</b>
7.1. Conclusions.....	156
7.2. Recommandations.....	160
<b>RÉFÉRENCES.....</b>	<b>164</b>

## LISTE DES TABLEAUX

Tableau 2.1 : Causes de défaillances des transformateurs.....	12
Tableau 2.2 : Méthode analytiques des huiles des transformateurs selon la norme ASTM.....	25
Tableau 4.1 : Équations utilisées pour le calcul des capacités CI et CE selon Igreja.....	62
Tableau 4.2 : Paramètres dimensionnels des capteurs.....	69
Tableau 4.3 : Valeurs des capacités obtenues avec différentes méthodes de calcul.....	69
Tableau 4.4 : Mesures physico-chimiques sur l'huile et le papier utilisés pour les capteurs.....	75
Tableau 4.5 : Description des échantillons pour l'étude de l'effet des produits d'oxydation .... sur la réponse diélectrique. ....	77
Tableau 4.6 : Mesures de l'impédance (module et argument) des capteurs avant et après le... vieillissement. ....	79
Tableau 4.7 : La répétabilité des mesures du capteur interdigité.....	88
Tableau 4.8 : La reproductibilité des mesures du capteur interdigité.....	89
Tableau 5.1 : Limites proposées pour les huiles en service du groupe 1 en fonction de la..... tension.....	95
Tableau 5.2 : Limites suggérées pour le reconditionnement ou la régénération de l'huile... ..	95
Tableau 5.3 : Mesures correctives selon le type de la contrainte. ....	96
Tableau 5.4 : Classification de la qualité de l'huile des transformateurs selon les méthodes... traditionnelles .....	99
Tableau 5.5 : Propriétés typiques de l'huile minérale utilisée dans les expériences.....	102
Tableau 5.6 : Classification de la qualité de l'huile minérale selon ..... les nouvelles techniques proposées (DDP,TUR).....	112
Tableau 5.7 : État de l'huile minérale basé sur la comparaison de la couleur ..... selon la norme ASTM D1544.....	113
Tableau 5.8 : Comparaison entre les nouveaux critères de classification de la qualité de ..... l'huile et les critères traditionnels .....	117
Tableau 5.9 : Spécifications des échantillons prélevés des transformateurs en service. ....	118
Tableau 5.10 : Classification des huiles provenant des transformateurs en service. ....	120

Tableau 6.1 : Répétabilité et reproductibilité, la moyenne et l'écart type de 5 échantillons ....	
d'huiles. ....	149

## LISTE DES FIGURES

Figure 2.1 : Modèle typique des défaillances des transformateurs.....	13
Figure 2.2 : Distribution des causes de défaillances de 188 transformateurs en Afrique de .... sud.....	14
Figure 2.3 : Les différents processus de dégradation de la cellulose [21]. ....	20
Figure 2.4 : Schéma simplifié de la dégradation de l'isolation en fonction de différentes ..... contraintes [23]. ....	22
Figure 3.1 : Coulomètre de Karl Fisher (KF831). ....	32
Figure 3.2 : Tensiomètre pour la mesure de la tension interfaciale. ....	35
Figure 3.3 : Diagramme de Fresnel pour un condensateur contenant un diélectrique..... imparfait. ....	37
Figure 3.4 : Principe de mesure de l'appareil IDA 200.....	40
Figure 3.5 : Structure chimique de cellulose. ....	41
Figure 3.6 : Structure de base d'un spectrophotomètre UV/Visible. ....	46
Figure 3.7 : Spectrophotomètre T60 UV/Visible de Thuramed. ....	47
Figure 3.8 : Turbidimètre 2100N de la compagnie HACH. ....	50
Figure 3.9 : Principe de turbidimètre 2100AN .....	51
Figure 4.1 : Configuration du condensateur coplanaire.....	57
Figure 4.2 : Structure capacitive interdigitée [79]. ....	58
Figure 4.3 : Répartition du champ électrique en fonction de la distance entre les électrodes . d'excitation et de mesures ( $l_1$ , $l_2$ , $l_3$ ).....	58
Figure 4.4 : (a) Motif représentant deux électrodes interdigitées et (b) Vue en coupe du ..... réseau d'électrodes interdigitées et distribution des potentiels électriques..... selon Ĩgrena.....	59
Figure 4.5 : Exemple du circuit équivalent à une structure multicouche d'électrodes..... interdigitées à six électrodes selon [74]. ....	60
Figure 4.6 : Principe des capacités partielles. ....	61

Figure 4.7 : Modélisation 3D du capteur interdigité ( $\lambda=5$ mm).....	64
Figure 4.8 : Distribution du champ électrique en fonction de sa distance de pénétration ..... pour les trois capteurs. ....	66
Figure 4.9 : Conception des capteurs interdigités avec Altium. ....	68
Figure 4.10 : Montage expérimental pour le vieillissement et la mesure de la réponse ..... diélectrique des capteurs interdigités.....	71
Figure 4.11 : Évolution du facteur de dissipation en fonction du vieillissement pour le ..... capteur 1 (5mm).....	73
Figure 4.12 : Évolution du facteur de dissipation en fonction du vieillissement pour le ..... capteur 2 (2,5mm).....	73
Figure 4.13 : Évolution du facteur de dissipation en fonction du vieillissement pour le ..... capteur 3 (1mm).....	74
Figure 4.14 : Effet de l'huile et du papier sur la réponse diélectrique. ....	78
Figure 4.15 : Évolution du facteur de dissipation en fonction de la durée de ..... vieillissement à 0,01Hz.....	80
Figure 4.16 : Circuit équivalent du système isolant huile/papier. ....	81
Figure 4.17 : Interface graphique du code Matlab.....	82
Figure 4.18 : Variation de la résistance $R_0$ en fonction du temps de vieillissement. ....	83
Figure 4.19 : Variation de la capacité $C_0$ en fonction du temps de vieillissement. ....	83
Figure 4.20 : Évolution de pôles en fonction du vieillissement.....	85
Figure 4.21 : Évolution des pôles en fonction de degré de polymérisation.....	87
Figure 5.1 : Limites de l'IFT et l'acidité pour une huile en service selon le rapport ..... FIST 3-31[35].....	97
Figure 5.2 : Organigramme de l'expérience utilisé pour l'étude de déclassification.....	105
Figure 5.3 : Évaluation de l'état de l'huile avec les méthodes traditionnelles en fonction du..... vieillissement.....	105
Figure 5.4 : Effet de vieillissement sur les spectres d'absorbance UV/ VIS et la turbidité.....	106
Figure 5.5 : Corrélation entre le DDP et la turbidité en fonction de la tension ..... interfaciale .....	108

Figure 5.6 : Corrélation entre les produits de décomposition dissous (DDP) et l'acidité...	110
Figure 5.7 : Corrélation entre la turbidité et l'acidité.....	110
Figure 5.8 : Disques étalon colorés et numérotés selon la norme ASTM D1544.....	113
Figure 5.9 : Corrélation entre les produits de décomposition dissous (DDP) et la couleur. ....	114
Figure 5.10 : Comparaison des critères de classification selon le DDP obtenu de..... l'acidité et de la couleur. ....	115
Figure 5.11 : Évaluation de l'état de l'huile minérale avec les nouvelles et les ..... traditionnelles méthodes. ....	116
Figure 6.1 : Exemple représentatif des 3 modes de vibrations fondamentales de ..... la molécule d'eau. ....	127
Figure 6.2 : Diagramme schématique de l'interféromètre de Michelson, utilisé pour la ..... spectroscopie FTIR.....	128
Figure 6.3 : Diagramme schématique de la procédure de préparation d'échantillon pour..... l'analyse de l'humidité des huiles minérales et le protocole d'analyse ..... spectrale IRFT. ....	137
Figure 6.4 : Spectres d'acétonitrile utilisés pour extraire l'humidité de l'huile neuve.....	140
Figure 6.5 : Spectres d'acétonitrile utilisés pour extraire l'humidité de l'huile vieillie. ....	140
Figure 6.6 : Spectres d'acétonitrile pour les huiles neuves et vieilles à 3626 et à 3544 $\text{cm}^{-1}$ .. respectivement. ....	141
Figure 6.7 : Spectres IRTF d'acétonitrile utilisé pour extraire l'humidité dans une huile ..... neuve et vieillie avec teneur en eau de 27 ppm. ....	142
Figure 6.8 : Régression entre la teneur en eau mesurée dans l'huile (KF) et l'absorbance ..... IRTF à 3616 $\text{cm}^{-1}$ .....	143
Figure 6.9 : Comparaison entre la teneur en eau prédite, avec IRTF à 3616 $\text{cm}^{-1}$ ..... et mesurée avec KF.....	145
Figure 6.10 : Évolution de la somme de racines carrées des erreurs de prévision RMSE. ....	147
Figure 6.11 : Régression PLS de l'humidité prédite en fonction de l'humidité mesurée avec.. validation croisée. ....	148

Figure 6.12 : Effet du vieillissement sur les spectres d'absorbance FTIR dans la région.....	
1710 $\text{cm}^{-1}$ . ....	151
Figure 6.13 : Profile de l'acidité et de l'absorbance IRTF à 170 $\text{cm}^{-1}$ en fonction de.....	
la durée de vieillissement. ....	152
Figure 6.14 : Corrélation entre l'absorbance IRTF à 1710 $\text{cm}^{-1}$ et l'acidité de l'huile. ....	153



## LISTE DES ABRÉVIATIONS ET SYMBOLS

ASTM	American Society for Testing and Materials
CO	Monoxyde de carbone
CO <sub>2</sub>	Dioxyde de carbone
DDP	Produits de décomposition dissouts ( <i>Dissolved Decay Products</i> ).
DP <sub>v</sub>	Degré de polymérisation moyen
$f$	Fréquence (Hz)
H <sub>2</sub> O	Formule brute de l'eau
H <sub>2</sub>	Hydrogène
IEC	Commission électrotechnique internationale ( <i>International Electrotechnical Commission</i> )
IEEE Std	(Institute of Electrical and Electronics Engineers Standards)
IFT	Tension interfaciale ( <i>Interfacial tension</i> ) (dynes/cm)
IRTF	Spectroscopie Infrarouge à Transformée de Fourier ( <i>Fourier Transformed InfraRed Spectroscopy</i> )
AN	Nombre d'acidité ( <i>acid Number</i> ) (mg KOH/g)
P	Pôle
PLS	La régression des moindres carrés partiels ( <i>Partial Least Squares regression</i> )
$\tan \delta$	Facteur de dissipation
TUR	Turbidité
UV	Ultraviolet
VIS	Visible
$W_c$	La teneur en eau (ppm)
$\delta$	Angle de perte
$\sigma$	Conductivité (S/m)
$\rho$	La résistivité ( $\Omega \cdot m$ )
$\varepsilon_r$	La permittivité relative
$\varepsilon_0$	La permittivité du vide

## **CHAPITRE 1**

### **INTRODUCTION GÉNÉRALE**

## **CHAPITRE 1**

### **INTRODUCTION GÉNÉRALE**

#### **1.1. Introduction**

Les transformateurs de puissance représentent un atout précieux pour les exploitants des réseaux électriques. Dans des conditions normales d'exploitation, la durée de vie moyenne des transformateurs de puissance est de l'ordre de trente à quarante ans. Actuellement, la majorité des transformateurs de puissance installés sur les réseaux, sont proches de leur fin de vie utile. Avec le vieillissement des parcs de transformateurs de puissance, les exploitants des réseaux électriques font face à un énorme défi. Les défaillances de transformateurs, les réparations et les pertes de revenus qui en résultent se chiffrent généralement en millions de dollars. L'une des causes principales de défaillance des transformateurs est le vieillissement de leur système isolant (huile/ papier). En service, le système d'isolation subit une dégradation graduelle qui, avec le temps n'est plus capable de résister aux différentes contraintes. Étant l'un des éléments les plus essentiels du réseau électrique, la nécessité d'avoir des méthodes fiables de surveillance et de diagnostic amène les experts à explorer de nouvelles technologies pour améliorer la fiabilité et optimiser l'utilisation de chaque composant. L'objectif principal de ces méthodes est de maintenir ces appareils en fonction le plus longtemps possible, avec des coûts de maintenance aussi bas possible. Les procédures de maintenance préventives sont devenues de plus en plus importantes. Ces maintenances préventives, qui s'appuient sur des techniques de diagnostic fiables, doivent non seulement permettre de prévenir mais également de prévoir les

interventions coûteuses de maintenance corrective et aussi pour prolonger la durée de vie des transformateurs. De nos jours, afin d'optimiser les coûts de la maintenance, la tendance est de passer de la maintenance régulière basée sur le temps à la maintenance conditionnelle basée sur l'état. Pour ce faire, plusieurs systèmes de surveillance en ligne de l'état de l'isolation ont été mis au point.

La présente thèse, entreprise dans le cadre des travaux de recherches de la chaire sur les isolants liquides et mixtes en électrotechnologie (ISOLIME) de l'université du Québec à Chicoutimi, porte sur l'étude et l'exploration de nouvelles méthodes de diagnostic de l'état de l'isolation, et d'un capteur pour la surveillance en ligne des transformateurs de puissance. Dans ce contexte trois objectifs spécifiques ont été fixés:

- Étude de la faisabilité d'un capteur capacitif interdigité pour la surveillance en ligne de la qualité de l'isolation du papier imprégné d'huile minérale des transformateurs de puissance.
- Étude de classification de la qualité de l'huile minérale isolante selon des techniques de diagnostic alternatives basées sur l'analyse spectroscopique. Plus précisément, il s'agit ici de la spectrophotométrie UV/Visible et de la turbidité.
- Utilisation de la spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (IRTF) pour déterminer la teneur en eau et évaluer l'état de l'huile minérale isolante.

## 1.2. Originalité

Plusieurs raisons expliquent le développement d'outils de diagnostic efficaces des transformateurs. La première est le coût initial élevé de ces équipements. Le second aspect vient du besoin des exploitants de prolonger la vie de fonctionnement de ces équipements aussi longtemps que possible. Dans ce projet de recherche, de nouvelles méthodes et de diagnostic et de surveillance de l'état de l'isolation huile/papier des transformateurs ont été proposées. Cette étude porte sur les points suivants:

- Développement d'un capteur pour le contrôle et la surveillance des transformateurs de puissance en ligne. La durée de vie des équipements à isolations imprégnées de liquide tels que les transformateurs est directement reliée à l'isolation solide. Il est alors important de pouvoir estimer sa qualité. Le besoin de capteur permettant de suivre de façon dynamique la santé d'un transformateur se ressent depuis longtemps. Un capteur interdigité, permettant de mesurer les pertes diélectriques dans l'isolation solide du transformateur, est proposé. L'application de la recherche proposée à la gestion des transformateurs offrira non seulement des avantages importants en matière d'économies, mais aura également comme conséquence, le potentiel significatif de garantir la sécurité de l'approvisionnement en électricité.
- L'amélioration de deux nouvelles méthodes de diagnostic permettant de prendre des décisions appropriées basées sur l'état de l'huile isolante. Depuis quelques années, plusieurs méthodes de diagnostic ont été développées. Certaines ont été normalisées par des

organismes internationaux comme l'ASTM (American Society for Testing and Materials), d'autres sont toujours en phase de recherche. Cependant, l'ASTM a développé depuis quelques années, deux méthodes alternatives fiables et moins coûteuses pour évaluer l'état de l'huile des transformateurs de puissance. Ces deux méthodes sont la spectrophotométrie UV-Visible permettant de mesurer les produits de décomposition de l'huile, et la turbidité permettant de mesurer les contaminants non solubles dans l'huile. Bien que développées par l'ASTM, ces deux méthodes ne sont pas encore utilisées, en grande partie liée au fait qu'au meilleur de nos connaissances, il n'existe à ce jour pas d'interprétation quantitative aux résultats fournis. Dans ce présent travail, une étude sera consacrée à l'évaluation de l'état de dégradation de l'huile, basée sur ces deux méthodes. Ces techniques ont été étudiées parallèlement aux techniques traditionnelles (tension interfaciale, Acidité). Cette étude, permet d'établir des critères qui permettront aux responsables de maintenance des outils permettant de prendre des décisions appropriées à partir des analyses effectuées (spectroscopie UV/visible, turbidité).

- Parmi les méthodes qui ont connu un développement très rapide au niveau des analyses spectrales, il convient de citer la Spectroscopie Infrarouge à Transformée de Fourier (IRTF). Cette méthode qui est l'objet du troisième point de ce travail est considérée comme un outil de diagnostic non destructif très puissant pour le diagnostic de l'état de l'huile. Jusqu'à présent, aucune étude n'a encore été effectuée pour déterminer la teneur en eau dans l'huile minérale isolante des transformateurs de puissance par spectroscopie IRTF. Notre contribution dans cette étude a consisté à utiliser la spectroscopie IRTF pour déterminer à la

fois la teneur en eau et l'acidité de l'huile. Cette méthode présente un intérêt considérable pour les laboratoires d'analyse d'huile, que se soit au niveau de la rapidité d'analyse qu'au niveau d'investissement tout en réduisant le nombre d'équipements et de consommables (produit chimiques).

### **1.3. Organisation de la thèse**

La thèse est composée de sept chapitres, incluant le présent chapitre et la conclusion générale.

Le deuxième chapitre de cette thèse présente les transformateurs de puissance en général, leurs diverses utilisations et leurs constitutions. Les causes de défaillances des transformateurs et les aspects économiques associés seront aussi présentés. On y retrouve également un rappel sur les phénomènes de vieillissement du complexe huile/ papier. Les méthodes et techniques d'évaluation de l'état de l'isolation y sont également décrites.

Le troisième chapitre fait l'état de l'art sur les méthodes de diagnostic standard, ainsi que les nouvelles méthodes proposées dans ce travail. Le principe de ces méthodes et les travaux de recherches réalisés seront aussi présentés.

Le quatrième chapitre présente une étude expérimentale de la faisabilité d'un capteur capacitif interdigité pour surveiller l'état du papier imprégné d'huile des transformateurs de puissance en ligne. Dans le même aspect, un nouveau paramètre diélectrique indépendant de la géométrie est aussi présenté. Le protocole de vieillissement accéléré de l'isolation

huile/papier incorporant le capteur, mis au point pour cette étude, est également décrit dans ce chapitre.

Le cinquième chapitre présente l'étude de la classification de la qualité de l'huile minérale isolante à partir de nouvelles méthodes d'analyses. Un rappel sur les classifications de l'huile selon les méthodes traditionnelle est présenté. La méthodologie suivie pour mener à bien cet objectif est aussi présentée. À partir des corrélations entre les méthodes traditionnelles et les nouvelles méthodes proposées, des critères de classification sont établis pour les nouvelles méthodes. Ces critères sont validés sur des échantillons d'huiles vieilles en laboratoire ou provenant des transformateurs de puissance en service.

Le sixième Chapitre met en évidence l'utilisation de la spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (IRTF) comme outil unique pour la quantification de la teneur en eau et l'acidité de l'huile minérale isolante. La description des expériences réalisées pour atteindre nos objectifs sont présentés dans le même chapitre.

Le septième chapitre contient les conclusions qui peuvent être tirées et propose des voies précises à explorer pour des développements futurs.



## **CHAPITRE 2**

### **LES TRANSFORMATEURS DE PUISSANCE**

## **CHAPITRE 2**

### **LES TRANSFORMATEURS DE PUISSANCE**

#### **2.1. Introduction**

Ce chapitre introduit les transformateurs de puissance d'une façon générale, leurs rôles, les différents types et leurs constitutions. Les causes de défaillances de ces appareils sont aussi exposées. Dans la même lignée, le présent chapitre présente également les différents phénomènes associés au vieillissement du système isolant huile/ papier. Enfin, les enjeux de diagnostic de l'état de l'isolation sont présentés.

#### **2.2. Rôle et différents types de transformateurs de puissance**

Un transformateur de puissance est défini comme un appareil statique à induction électromagnétique, à deux enroulements ou plus, destiné à transformer un système de tension(s) et courants(s) alternatifs, de valeurs généralement différentes et de même fréquence, en vue de transférer une puissance électrique (selon le dictionnaire multi-langue de la Commission Électrotechnique Internationale) [1, 2]. Les transformateurs de puissance font donc passer l'énergie électrique d'un niveau de tension à un autre. Pour le transport, ils augmentent les niveaux de tension pour réduire au minimum les pertes tandis qu'ils les baissent pour la distribution. Le terme transformateur de puissance est employé pour désigner tous les transformateurs utilisés depuis la centrale de production jusqu'à la

distribution [2]. En fonction de leurs applications, les transformateurs de puissance peuvent être classés en plusieurs catégories [3].

- *Les transformateurs élévateurs* sont situés dans les postes de départ d'une centrale, leur rôle est d'élever la tension produite à partir des générateurs (entre 11 et 25 kV), afin de minimiser les pertes sur les lignes. Par exemple au Québec l'électricité est transportée à des tensions allant jusqu'à 765 kV.
- *Les transformateurs d'interconnexions* font passer l'électricité d'un niveau de transport plus élevé à une tension de répartition moins élevée (161/120 kV) afin de faciliter sa distribution dans les postes régionaux.
- *Les transformateurs abaisseurs*, se trouvent au niveau des postes électriques afin d'adapter la tension électrique de transport (161/120 kV) aux différentes tensions de distributions soit (25 kV, 69 kV).
- *Les transformateurs de distribution* sont utilisés pour abaisser la tension et l'adapter à l'utilisateur à des fins domestiques ou industrielles.

Les niveaux de tensions ci-dessus mentionnés sont généralement utilisés au Québec (Canada). Cependant, ils peuvent varier d'un pays à autre. En plus à ces catégories, on peut y ajouter les transformateurs à usage industriels, comme les transformateurs de fours électriques, transformateur redresseurs, les autotransformateurs, etc.

### 2.3. Constitutions

Quel que soit le type de transformateurs de puissance, ils se composent généralement des parties principales suivantes :

- *Le noyau* qui est composé de tôles en matériaux ferromagnétiques empilées et séparées entre elles par du vernis. Cette configuration permet de réduire les pertes fer (perte par courant de Foucault et perte par hystérésis);
- *Les enroulements*, montés sur le noyau fait d'un conducteur, généralement en cuivre, entourés de papier imprégné d'huile (transformateur immergé) pour séparer les spires les unes des autres;
- *La cuve* où l'ensemble des enroulements et le noyau sont placés. La cuve est remplie d'un fluide (généralement l'huile minérale);
- *Les traversées* sont utilisées pour raccorder les enroulements du transformateur aux lignes électriques à travers la cuve;
- *Le changeur de prises* est utilisé pour régler la tension en fonction de la charge sur le réseau, en ajoutant ou en retranchant des spires des enroulements;
- *Le système de refroidissement*, pour dissiper la chaleur et maintenir le transformateur à des températures acceptables. Le mode de refroidissement varie d'un transformateur à un autre selon le niveau de puissance, les exigences et l'utilisation du client;
- *Divers accessoires* (bornes de traversées, thermomètres, relais Buchholz, dessiccateur, conservateur, etc...).

Pour compléter cette liste, il convient d'ajouter le système isolant (huile, papier, carton).

## 2.4. Causes de défaillances

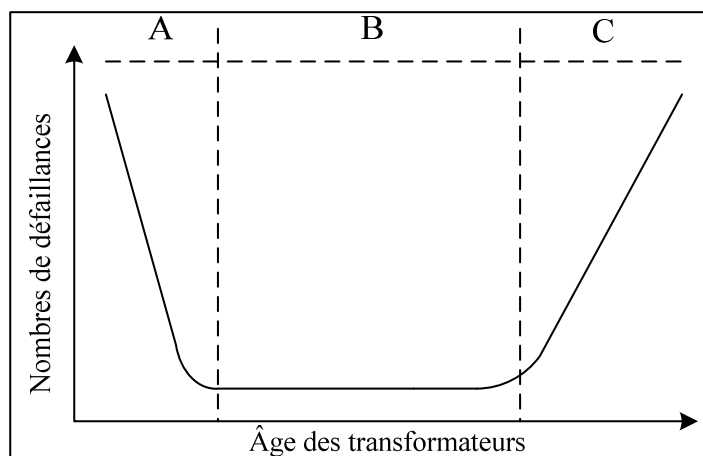
Les transformateurs de puissances sont souvent situés dans des endroits stratégiquement critiques. Les dommages résultant d'une panne et la perte de production qui s'ensuivent peuvent s'avérer très coûteux. Les défaillances peuvent être classées de types électriques, mécaniques ou thermiques. Les causes de défaillances peuvent être internes ou externes. Le Tableau 2.1 répertorie certaines causes typiques de défaillance [4]. Elles peuvent aussi se produire à l'intérieur de la cuve du transformateur comme sur les traversées, le changeur de prise ou autres accessoires.

**Tableau 2.1 : Causes de défaillances des transformateurs.**

Causes internes	Causes externes
<ul style="list-style-type: none"> <li>- Détérioration de l'isolation</li> <li>- Perte de serrage d'enroulement</li> <li>- Surchauffe</li> <li>- Contamination solide dans l'huile isolante</li> <li>- Décharge partielle</li> <li>- Défauts de conception et de fabrication</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Surtensions de manœuvres ou atmosphériques</li> <li>- Surcharge</li> </ul>

En général, les probabilités de défaillances des transformateurs sont très élevées surtout au début et vers la fin de leur durée de vie théorique. Ceci est souvent représenté par une courbe en baignoire comme le montre la Figure 2.1 [5]. Cette courbe montre que les transformateurs sont plus vulnérables aux défaillances dans les premières années que pendant leur âge mature. Les défaillances dans cette phase (zone A) sont généralement causées par des erreurs de conception ou de construction. Cependant, les défaillances qui se

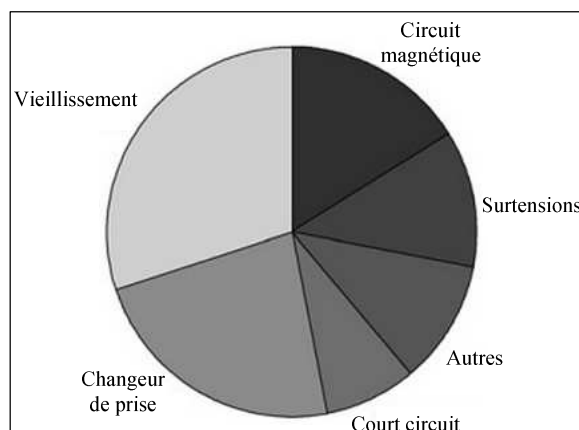
produisent dans les premières années sont généralement couvertes par la garantie du fabricant. Dans la deuxième phase (zone B), le transformateur peut fonctionner jusqu'à 30 ans, avec des défaillances mineures. Après cette période, le transformateur devient très vulnérable aux défaillances (zone C). Ceci est dû aux différents phénomènes de vieillissement du transformateur. En effet, le temps nécessaire pour qu'un transformateur soit dans la zone C dépend de la politique de maintenance.



**Figure 2.1 : Modèle typique des défaillances des transformateurs.**

En 1983, une enquête internationale sur les causes de défaillances des transformateurs de puissance a été effectuée par la CIGRE [5, 6]. L'enquête a montré que pour des transformateurs avec changeurs de prises, 40 % des défaillances ont été causées par ces derniers, 26 % sont reliés aux enroulements et 12 % aux traversées. Dans une autre enquête effectuée en Afrique de sud, sur 188 transformateurs, les défaillances de 56 d'entre eux ont

été causées par le vieillissement de l'isolation [5]. La Figure 2.2 montre la distribution des causes de défaillances de ces transformateurs.



**Figure 2.2 : Distribution des causes de défaillances de 188 transformateurs en Afrique de sud [5].**

Dans une autre étude réalisée par William H. Bartley P. E. [7], il a été rapporté que sur 97 défaillances de transformateurs, 24 étaient dues au vieillissement de l'isolation. Leur étude statistique a montré que les risques de défaillances de l'isolation sont les plus élevés et les plus coûteux en termes de dépenses.

## 2.5. Isolation huile/ papier

Mise à part certains transformateurs de distribution de type secs, la plupart des transformateurs de puissance sont remplis d'huile. L'isolation solide à l'intérieur du transformateur est constituée de papier et de carton. L'imprégnation par un isolant liquide, essentiellement les huiles minérales, leur confère une rigidité diélectrique remarquable.

Étant donné que la rigidité diélectrique de l'huile est supérieure à celle de l'air, les transformateurs immergés d'huile sont plus compacts que les transformateurs secs de même puissance. Depuis le début du 20<sup>ème</sup> siècle, le complexe isolant huile/papier est largement utilisé dans l'industrie électrique [8].

### **2.5.1. Huile isolante**

Dans les transformateurs de puissance, l'huile sert à la fois d'isolant électrique entre les différents éléments internes et de fluide caloporteur, c'est-à-dire qu'elle permet de dissiper la chaleur dégagée par le circuit magnétique et les conducteurs. La chaleur à évacuer est véhiculée par circulation naturelle ou forcée de l'huile vers les radiateurs extérieurs. L'efficacité du refroidissement est influencée directement par la viscosité et la chaleur spécifique de l'huile utilisée [9]. 90 à 95% du marché mondial des isolants liquides est dominé par les huiles minérales [10]. Ce choix peut être justifié non seulement par leur faible coût, mais également par leurs excellentes propriétés diélectriques. Cependant, lorsque la résistance au feu devient un critère prépondérant, les huiles silicones et esters, appelées liquides à haut point de feu, constituent un meilleur choix.

L'huile minérale est un produit obtenu à partir du raffinage du pétrole brut. Elle est composée essentiellement d'hydrocarbures (atome de carbone et d'hydrogène) et en quantité très faible, de composés soufrés et de traces de composés organométalliques (Fe, Cu, Al, Na, etc.) qui peuvent affecter considérablement ses propriétés électriques [9].



On distingue trois familles d'hydrocarbures: les Paraffines, les Naphtènes et les Aromatiques. Les Aromatiques sont des hydrocarbures plus instables que les composés paraffiniques et naphténiques. Ils étaient souvent utilisés pour les condensateurs et les traversées isolées. Les huiles naphténiques et paraffiniques sont chimiquement stables, ils diffèrent les uns des autres par leurs structures moléculaires et leurs caractéristiques physico-chimiques. Malgré leurs différences, les études ont montré que la qualité des huiles isolantes ne dépend pas beaucoup du type paraffinique ou naphténique [11]. Cette distinction n'est donc pas prise en compte par les normes internationales. Les spécifications requises des huiles minérale utilisées dans les appareils de H.T sont répertoriées dans la norme ASTM désignation D3487 [12] ou la CEI 60296 [13]. Ces normes définissent deux types d'huiles en fonction de la teneur en antioxydants. Les principales qualités exigées pour ces huiles sont donc [3] :

- une faible viscosité et un bas point d'écoulement pour assurer sa fluidité aux basses températures;
- un point d'éclair (ou point d'inflammabilité) élevé;
- une bonne stabilité chimique essentiellement vis-à-vis des phénomènes d'oxydation et de décomposition;
- une rigidité diélectrique élevée.

Pour améliorer certaines propriétés, les fabricants ajoutent des additifs chimiques aux huiles isolantes. Par exemple, un antioxydant est ajouté dans une huile isolante pour améliorer sa stabilité à l'oxydation. Ces additifs ne font que prolonger la durée d'utilisation

de l'huile, une fois les antioxydants consommés, l'huile est sujette à l'oxydation et à la formation des boues et d'acides.

### **2.5.2. Le papier isolant**

Dans les transformateurs de puissance, le papier est utilisé pour l'isolation des enroulements, tandis que le carton sert d'isolation entre les enroulements et entre les enroulements et le noyau. Le carton est formé de plusieurs couches de papier compressé. Le papier et le carton sont constitués de fibres de cellulose extraites de la pulpe du bois ou des fibres du coton.

Le papier Kraft est, à l'heure actuelle, un des papiers les plus utilisés dans l'industrie électrique des transformateurs. Les trois constituants principaux du papier kraft sont la cellulose (90%), les lignines (6 à 7%) et les hémicelluloses (3 à 4%) [14]. La cellulose est caractérisée par son degré de polymérisation moyen, qui est le nombre moyen de motifs glucose par chaîne de cellulose. Comme nous le verrons plus loin, l'état du papier peut être apprécié par la détermination de son degré de polymérisation (§ 3.2.6).

Afin d'être considéré comme un bon isolant, le papier doit posséder les propriétés suivantes:

- Une bonne tension de claquage;
- Résistivité élevée;
- Faible facteur de dissipation;

- Une bonne résistance à la traction;
- Un degré de polymérisation élevé;
- Un faible coût.

Pour augmenter la tenue thermique, un papier modifié dit thermostable peut être utilisé.

## **2.6. Phénomènes de Vieillissement**

Lorsque le transformateur est neuf et bien conçu, il peut résister aux différentes contraintes (électriques, mécaniques, thermiques et environnementales). En service, le système d'isolation subit une dégradation graduelle qui, avec le temps, peut ne plus être capable de résister aux différentes contraintes.

Le vieillissement se définit par le changement néfaste irréversible d'une ou des propriétés du système isolant, due à la dégradation de ce dernier [3].

### **2.6.1. Dégradation de l'huile minérale isolante**

Lorsqu'on parle de la dégradation de l'huile, on parle souvent du phénomène d'oxydation. L'oxydation de l'huile isolante désigne l'ensemble des réactions chimiques complexes et lentes au cours desquelles les hydrocarbures réagissent avec l'oxygène et l'humidité. L'oxydation de l'huile est une fonction croissante de la température et de la concentration en oxygène. De plus, elle peut être catalysée par certains métaux comme le cuivre, le fer, le plomb, et par l'humidité. D'autres paramètres tels que le champ électrique et la lumière peuvent aussi influencer l'oxydation de l'huile isolante [9]. Les produits de

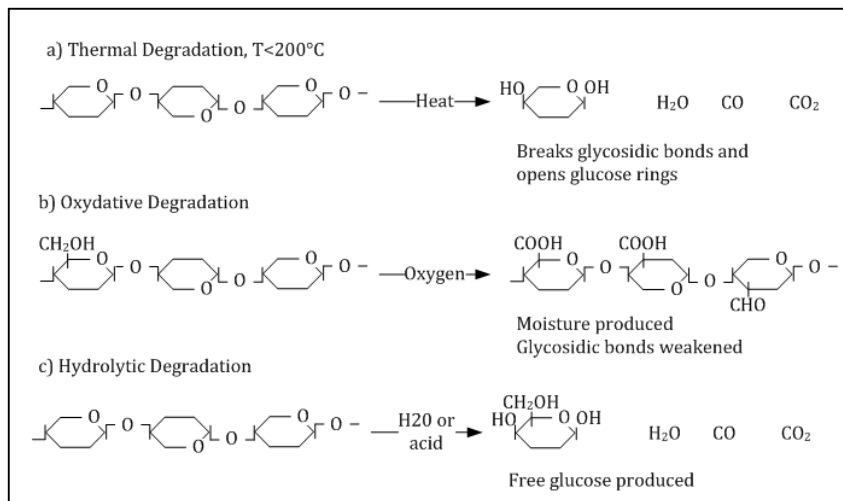
dégradation issus de l'oxydation de l'huile entraînent un changement de couleur et d'odeur, lié à la formation de composés d'acides légers. Il s'en suit une apparition des dépôts et de résidus, accompagnée d'une augmentation de la viscosité [15], ce qui affecte les qualités de l'huile en tant que caloporteur. Les effets de l'oxydation se reflètent non seulement sur les propriétés physico-chimiques, mais aussi sur les propriétés électriques (conductivité, facteurs de dissipation) [16]. L'oxydation de l'huile entraîne également une dégradation plus rapide du papier cellulose. Cette détérioration est activée par les produits de dégradation de l'huile, notamment les acides et les produits polaires qui sont absorbés par le papier.

### **2.6.2. La dégradation du papier isolant**

La dégradation du papier est un phénomène qui implique l'interaction de plusieurs facteurs dont les plus importants sont la température, l'oxygène et l'eau [17-19]. La dégradation de la cellulose est causée par la rupture des liaisons  $\beta$  (1-4) glucosidiques des molécules de glucose. En fonction de la cause de dégradation, on distingue trois types de mécanismes [20]:

- la pyrolyse qui entraîne la décomposition de la cellulose, avec production de sucres libres (glucose), d'oxydes de carbone ( $\text{CO}$ ,  $\text{CO}_2$ ),  $\text{H}_2\text{O}$  et  $\text{H}_2$  (Figure 2.3 (a));
- l'oxydation qui consiste en l'attaque des anneaux de glucose par l'oxygène; elle provoque une dépolymérisation. Les produits formés sont des carbonyles, des acides et de  $\text{H}_2\text{O}$  comme indiqué sur la Figure 2.3 (b);

- l'hydrolyse qui est la réaction de l'eau avec les ponts oxygène conduisant à la formation de molécules de glucose libre et des sous-produits, (Figure 2.3 (c)).



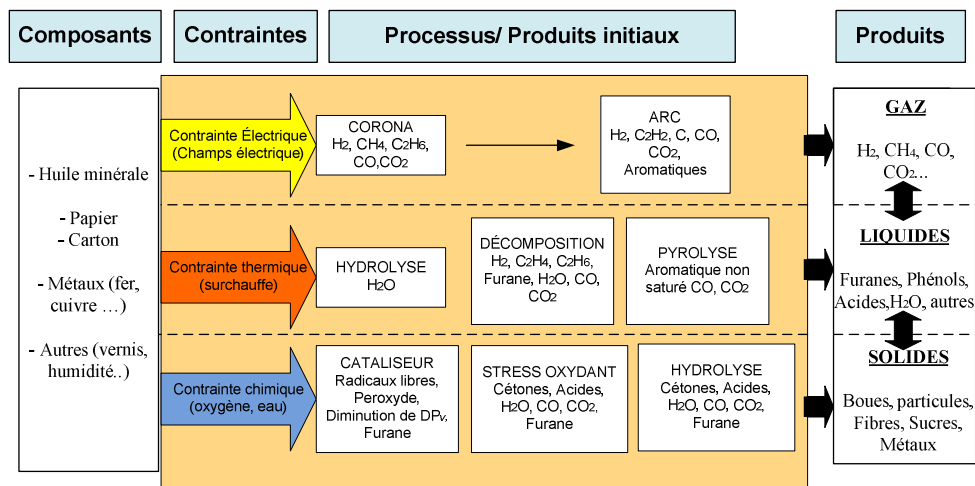
**Figure 2.3 : Les différents processus de dégradation de la cellulose [21].**

Sous l'influence de l'humidité et des acides, le glucose se dégrade, produisant le 5-hydroxyméthyl-2-furfuraldehyde [9, 19]. Ce dernier se décompose à son tour en d'autres dérivés furaniques tels que le 2-acétyl-furan, et le 5-méthyle-2-furfuraldéhyde. Les dérivés furaniques ainsi que certains composés issus de la dégradation du papier, dissous dans l'huile, (comme expliqué dans la section § 3.2.6), constituent à l'heure actuelle les traceurs caractéristiques de la dégradation du papier les plus utilisés. Parmi les composés furaniques, le 2-furaldehyde est le plus abondant; sa concentration dans l'huile est liée au degré de polymérisation moyen ( $\text{DP}_v$ ) et par conséquent à la rigidité mécanique de l'isolation solide.

Le nombre moyen d'unités monomères de glucose dans la cellulose du papier peut être exprimé en  $DP_v$  (degré de polymérisation moyen), qui est pour un papier kraft neuf d'environ 1000-1200. Pour un papier prétraité, le  $DP_v$  est diminué progressivement (environ 850-950). Un  $DP_v$  en dessous de 500 unités fera en sorte que la résistance à la traction commence à diminuer d'une façon linéaire [22]. Pour une valeur moyenne de  $DP_v$  inférieure à 200, le papier devient très fragile.

### **2.6.3. Vieillissement du complexe huile/ papier**

Le complexe isolant huile/papier est utilisé dans le transformateur depuis plus d'un siècle. Malgré le grand progrès dans leur conception au cours des dernières années, le maillon faible des transformateurs reste le système d'isolation. En service, l'isolation du transformateur est soumise aux diverses sollicitations (électriques, environnementales, mécaniques et thermiques), qui se produisent dans les différentes parties de la structure et entraîne sa dégradation. La Figure 2.4 illustre un schéma simplifié des réactions de l'isolation en fonction des contraintes appliquées.



**Figure 2.4 : Schéma simplifié de la dégradation de l'isolation en fonction de différentes contraintes [23].**

Sous l'impact d'un champ électrique/thermique suffisamment élevé, les huiles minérales se décomposent en donnant des gaz. Suite à cette action, le gaz formé en grande proportion est l'hydrogène. Certains travaux ont montré qu'en présence de papier imprégné d'huile et l'humidité, l'électrolyse de l'eau pouvait être à l'origine des bulles dans lesquelles les décharges partielles prennent naissance et entraînent la décomposition de l'huile [9, 24]. La rupture des chaînes d'hydrocarbures ne génère pas seulement des gaz, mais aussi des radicaux libres qui se trouvent dans l'huile et qui essaient de capter un électron libre. Dans ce cas, ces chaînes d'hydrocarbures deviennent porteuses de charges, conduisant aussi à l'augmentation du facteur de dissipation de l'huile isolante. Les forces électromagnétiques que le transformateur subit pendant son fonctionnement entraîne la dégradation du papier à long terme. Les vibrations dues à ces force peuvent aussi libérer les gaz déjà dissous dans l'huile, favorisant la formation des décharges partielles [9, 14].

La température joue également un rôle essentiel dans le processus de vieillissement de l'isolation du transformateur. Le vieillissement thermique est associé à des réactions chimiques causées par les phénomènes de pyrolyses, oxydations et l'hydrolyse, et elles sont accélérées par l'augmentation de la température et la teneur en oxygène et en eau.

Il est généralement admis que la durée de vie de l'isolation huile/papier dépend essentiellement de l'affaiblissement des caractéristiques mécaniques du papier, et non de la dégradation des propriétés diélectriques de l'huile [14]. Celui-ci est dû au fait qu'il est possible de reconditionner l'huile, contrairement au papier qui se dégrade dans un processus irréversible. Dans un transformateur, si d'autres causes de défaillance n'apparaissent pas, la fragilisation du papier risque d'entraîner le claquage sous l'effet de court-circuit ou de choc électrique. Les produits d'oxydation de l'huile contribuent également au vieillissement du papier en favorisant sa dépolymérisation par hydrolyse acide. Selon Fabre [9, 25], la dépolymérisation du papier est plus rapide dans une huile vieillie que pour une huile neuve. Par conséquent, le papier isolant d'un transformateur où l'huile est soumise à une action corrective (reconditionnement), se dégrade moins vite qu'un papier dont l'huile n'est pas reconditionnée [26], ce qui permettra ainsi de prolonger la durée de vie du transformateur.

La décision de prendre une action corrective est basée sur les résultats de diagnostic de l'état de l'huile, tel que discuté dans le chapitre 5.



## **2.7. Diagnostic et surveillance de l'état des transformateurs**

La question de maintenir les transformateurs en bon état de fonctionnement préoccupe souvent les compagnies et les utilisateurs de réseau électrique. De nos jours, un grand nombre de transformateurs de puissance dans le monde approchent la fin de leur durée de vie effective. Les remplacer par des neufs, seulement en raison de leur âge, est clairement non rentable, puisque certains de ces transformateurs sont encore en bon état et peuvent encore servir pendant plusieurs années. Pour des raisons économiques et techniques, la gestion de la vie des transformateurs a gagné un intérêt considérable ces dernières décennies. Actuellement, le diagnostic de l'état de l'isolation des transformateurs de puissance est devenu un élément essentiel dans la gestion des transformateurs. Ces dernières décennies, des exigences dans le domaine de développement des outils et des méthodes de diagnostic fiables, non-destructives et rapides n'ont cessé d'augmenter.

D'une façon générale, la surveillance consiste en la mise en œuvre de techniques reposant sur l'analyse des variations de paramètres ou de grandeurs de fonctionnement de l'entité, visant à évaluer son état de dégradation. Ceci est réalisé en vue de décider de la nécessité d'une inspection ou d'une réparation préventive afin d'éviter sa défaillance. Si la surveillance permet de détecter une défaillance, le diagnostic consiste d'une part à observer les effets de la défaillance et, d'autre part, à identifier si possible les causes et l'importance de cette défaillance. Un examen strict des définitions de la surveillance et du diagnostic montre que ce sont des outils de la maintenance qui visent à améliorer la sûreté de fonctionnement d'une entité à laquelle ils sont appliqués.

Actuellement, une variété d'outils est disponible pour évaluer l'état des transformateurs [4, 5, 22, 27, 28]. Des méthodes mettant en jeu des techniques physico-chimiques (tension interfaciale, acidité, degré de polymérisation, analyses des dérivés furaniques, couleur, etc.) et électriques (tension de claquage, spectroscopie diélectrique, courant de polarisation et dépolarisation, etc.) permettent la quantification des taux de vieillissement associé à une contrainte donnée. Un exemple des paramètres les plus largement répandus pour évaluer le vieillissement de l'huile sont consignées dans le Tableau 2.2 [4].

**Tableau 2.2 : Méthode analytiques des huiles des transformateurs selon la norme ASTM.**

Type de mesure	Significations/effets
Tension Interfaciale (IFT)	Présence des contaminants polaires, acides, solvants, vernis.
Acidité (NN)	Produits acides/boues, corrosion.
Couleur	L'assombrissement indique une contamination ou détérioration.
Tension de claquage diélectrique	Humidité, particules, fibres de cellulose/diminution de la rigidité diélectrique.
Teneur en eau	Décomposition excessive de papier/diminution de la rigidité diélectrique.
Facteur de puissance	Métaux dissous, acides, sels/surchauffe.
inhibiteur d'oxydation	Des valeurs faibles entraînent un vieillissement accéléré.

## 2.8. Conclusion

Les transformateurs de puissance sont des éléments indispensables et critiques de tous réseaux électriques, leur dégradation entraîne des pertes financières importantes. Ces appareils sont conçus pour pouvoir supporter de nombreuses contraintes de natures

diverses, durant leur cycle de vie. Il est bien connu que l'état général des transformateurs repose sur l'état de leur système d'isolation (papier/ huile). Le vieillissement de l'huile isolante affecte ses propriétés diélectriques et thermiques. Les produits de dégradation dans l'huile accélèrent également le processus de dégradation de l'isolation cellulosique. Il est nécessaire d'évaluer la qualité de l'huile afin d'éviter des défaillances catastrophiques. La régénération/filtration de l'huile avant que les impuretés et les produits dissous ne soient absorbés par le papier peut réduire considérablement les coûts de maintenance. Il est donc très important d'assurer leur maintenance et optimiser leur exploitation. Pour ce faire, plusieurs méthodes de diagnostic de l'état de l'isolation des transformateurs ont été mises au point. Cependant, le développement de nouvelles méthodes plus rapides, fiables et moins coûteuses fait actuellement l'objet de plusieurs travaux de recherche. Les méthodes utilisées dans le cadre de cette thèse et leurs principes sont présentées dans le chapitre 3.

## **CHAPITRE 3**

### **TECHNIQUES ANALYTIQUES UTILISÉES**

## **CHAPITRE 3**

### **TECHNIQUES ANALYTIQUES UTILISÉES**

#### **3.1. Introduction**

Les transformateurs de puissance représentent, un atout précieux pour les exploitants des réseaux électriques. Du point de vue économique, il est préférable que le transformateur soit disponible pendant une longue période avec des coûts de maintenance aussi bas que possibles. Pour éviter les défaillances des transformateurs de puissance et les pertes financières associées, les procédures de maintenance préventives constituent un facteur très important. Ces maintenances préventives, qui s'appuient sur des techniques de diagnostic fiables, doivent non seulement permettre de prévenir mais également de prévoir les interventions coûteuses de maintenance corrective et de prolonger la durée de vie des transformateurs. Pour ces raisons, de nombreuses méthodes de diagnostic ont été développées afin de contrôler l'état des transformateurs. Des méthodes mettant en jeu des techniques physico-chimiques (la tension interfaciale, l'acidité, le degré de polymérisation, les analyses des dérivés furaniques, la couleur, etc.) et électriques (la tension de claquage, la spectroscopie diélectrique, le courant de polarisation et dépolarisation, etc.) permettent la quantification des taux de vieillissement associé à une contrainte donnée. Ce chapitre, présente les techniques et les méthodes de diagnostics utilisées tout au long de la présente thèse.

## **3.2. Dispositifs et méthodes de diagnostic**

### **3.2.1. Humidité**

L'humidité peut avoir des effets néfastes sur l'ensemble du transformateur: elle réduit la tenue diélectrique, accélère le vieillissement de la cellulose (dépolymérisation) et entraîne l'émission de bulles de gaz à des températures élevées. L'eau peut se retrouver dans les transformateurs de quatre manières : l'eau résiduelle après séchage; l'eau provenant de la cellulose et du vieillissement de l'huile (oxydation); l'eau issue des fuites au niveau des joints ou infiltrée durant des réparations et l'eau due à la respiration.

En raison de la structure moléculaire apolaire de l'huile minérale, l'eau dissoute dans l'huile ne représente qu'une très faible quantité dispersée sous forme de vapeur. Cependant, l'huile dans le transformateur est polluée par le reste de raffinage, les sous-produits de vieillissement et les particules de papier cellulosique. Par conséquent, la solubilité de l'eau augmente; et elle peut donc se présenter dans l'huile sous les états physicochimiques suivants [29]:

- Dispersée sous forme de vapeur dans le volume d'huile;
- Liée aux sous-produits par des liaisons de Van Der Waals, et des liaisons d'hydrogène;
- Adsorbée par des impuretés comme les fibres de cellulose;
- Sous forme de petites gouttes lorsque le niveau de saturation est dépassé.

La teneur en eau se réfère à la mesure de la quantité totale d'eau dans l'huile, quel que soit son état physicochimique.

### ❖ *Mesure de la teneur en eau*

L'une des techniques les plus employées pour déterminer la teneur en eau repose sur le dosage de l'eau par la réaction de Karl Fischer. Le principe de cette méthode est basé sur la génération de l'iode qui réagit quantitativement avec les molécules d'eau (H<sub>2</sub>O) du matériau analysé en présence d'une solution méthanolique d'iode, de dioxyde de soufre et d'une base comme substance de tampon (réactif). L'équation générale permettant de décrire de manière générique la réaction de Karl Fischer est donnée comme suit [30] :



Initialement, la concentration en eau étant importante, le titrant peut être incorporé rapidement au méthanol, l'iode réagissant instantanément avec l'eau. Plus la fin du titrage approche, moins la réaction entre l'iode et l'eau est rapide, la concentration en eau diminuant constamment. Par conséquent, l'ajout du titrant devrait se faire plus lentement. Le titrage prend fin lorsque toute l'eau contenue dans le système est consommée par la réaction de Karl Fischer.

Les appareils automatiques utilisent plutôt une méthode électro-analytique pour déterminer le point de fin de titrage. C'est notamment le cas du titreur Karl Fischer (KF831) Coulomètre du manufacturier Metrohm utilisé au cours de ce travail (Figure 3.1). Plus

précisément, l'appareil met à profit une méthode dite volt-ampérométrie [31, 32]. Un faible courant, constant, appelé courant de polarisation, est appliqué entre deux électrodes de platine plongées dans le milieu réactionnel.

Tant que l'iode ajouté au système réagit avec l'eau, il n'y a pas d'iode moléculaire libre en solution. Par conséquent, une différence de potentiel élevée est nécessaire pour maintenir le courant de polarisation spécifique de l'électrode.

Une fois que toute l'eau contenue dans l'échantillon analytique est consommée par le réactif, de l'iode moléculaire libre se retrouve en solution. Cet iode favorise la conduction ionique du courant électrique en solution. Par conséquent, la différence de potentiel nécessaire au maintien du courant de polarisation diminue. Lorsque cette différence de potentiel passe sous la barre d'une valeur spécifique, déterminée par l'opérateur, le titrage prend fin. Dans cette étude, la mesure de la teneur en eau est effectuée selon la norme ASTM sous la désignation D1533 [33].





**Figure 3.1 : Coulomètre de Karl Fisher (KF831).**

### **3.2.2. Indice d'acidité**

Les produits acides se rencontrent surtout dans les huiles usagées sous forme d'acides organiques provenant de l'oxydation des hydrocarbures et d'acides inorganiques en plus faible quantité [34]. L'augmentation de l'indice d'acidité indique une tendance à la détérioration de l'huile. Avec la présence de l'humidité dans l'isolation, l'effet de l'acidité sera de favoriser la corrosion des parties métalliques du transformateur, en particulier les ailettes de refroidissement qui deviennent de plus en plus fines. L'acidité attaque également la cellulose et accélère la dégradation de l'isolation solide, et entraîne également la formation des boues [35].

Cette valeur est d'autant plus intéressante qu'elle est complémentaire de celle de la teneur en eau, et est nécessaire dans l'interprétation de l'état de l'huile. L'acidité se mesure au nombre de milligrammes de hydroxyde de potassium (KOH) nécessaires pour

neutraliser un gramme d'huile dont l'unité de mesure standard est exprimé en mg KOH/ g d'huile. Une huile neuve devrait avoir un indice d'acidité inférieur à 0,05 mg. L'acidité de l'huile d'un transformateur en service ne devrait pas dépasser 0,25 mg KOH/g. Cette valeur est considérée comme critique et la détérioration augmente rapidement une fois ce niveau atteint [36].

#### ❖ *Détermination de l'indice d'acidité*

La mesure de l'acidité consiste à suivre, au cours de l'addition d'une base forte l'évolution du pH de la solution jusqu'à neutralité. En effet, l'indice d'acidité appelé aussi nombre d'acidité (Acide Number) représente à la fois les acides organiques et inorganiques détectés dans l'huile. La détermination de l'indice d'acidité repose sur deux catégories de titrage: potentiométrique et colorimétrique. Il existe plusieurs normes qui se basent sur elles dont la norme ASTM sous la désignation D664 [37] et la norme ASTM D974 [38] qui sont les plus couramment utilisées.

Les mesures d'acidité réalisées au cours des travaux de ces études sont effectuées selon la norme ASTM D974. Cette méthode est basée sur la neutralisation d'acide en présence d'indicateur coloré. L'indicateur coloré est choisi selon que son virage de couleur entre les formes acide et basique se produit au pH du point d'inflexion.

Selon la méthode décrite dans la norme ASTM D974, le milieu utilisé pour le titrage est un mélange de toluène, d'alcool isopropylique et de l'eau distillée en présence de paranaphtolbenzène (indicateur coloré). Le réactif de dosage est une solution de potasse

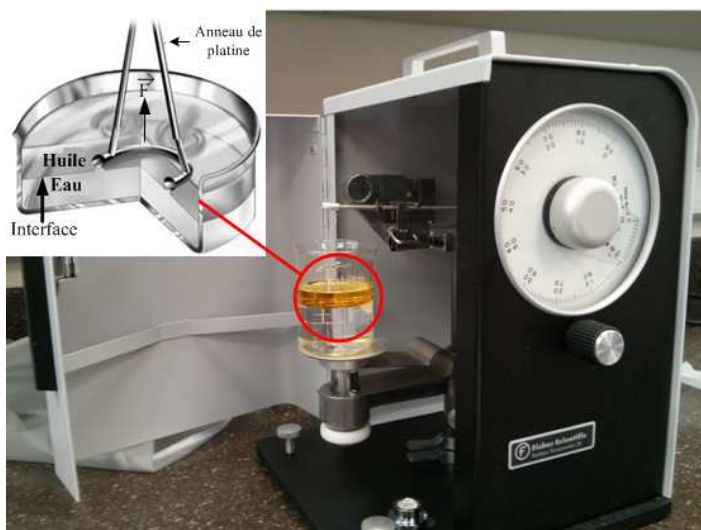
(0,1 M) (KOH) dans l'alcool isopropylique ( $\text{CH}_3\text{-CHOH-CH}_3$ ). Une fois les composants acides sont neutralisés par le KOH, la couleur de l'échantillon passe de l'orange au marron-vert, indiquant la fin de la réaction.

### **3.2.3. La tension interfaciale**

L'essai de tension interfaciale mesure la tension superficielle entre l'huile et l'eau. L'eau pure a une tension de surface élevée en raison de sa forte polarité. De même, une huile minérale pure a une tension de surface élevée en raison de sa forte non polarité. Ceci peut être observé en plaçant une goutte d'huile sur une surface d'eau. L'huile flotte au-dessus de l'eau et prendra une forme de lentille, car il tente de se dissocier de l'eau en réduisant sa surface de contact. Cependant, une huile dégradée ou contaminée présente une surface de contact plus grande avec l'eau et sera plus enclin à s'aplatir. Cela est dû à la présence d'impuretés hydrophiles tensio-actives (favorisent l'eau) dans l'huile qui s'attirent à l'interface entre l'huile et l'eau et, de ce fait, l'angle de mouillage avec l'eau se modifie. L'huile à l'interface devient donc plus polaire, plus semblable à l'eau, ce qui entraîne la diminution de la tension interfaciale. La mesure de la tension interfaciale de l'huile est souvent utilisée pour évaluer le vieillissement par oxydation de l'huile. Lorsqu'une huile subit une dégradation, sa tension interfaciale diminue tandis que le nombre de neutralisation (acidité) augmente. Cependant, il est à signaler que la diminution de la tension interfaciale ne signifie pas que l'acidité doit être également élevée. En effet, d'autres contaminants non acides présents dans l'huile, de nature hydrophile, pourraient aussi affecter la tension interfaciale sans pour autant changer l'acidité de l'huile [39].

### ❖ *Mesure de la tension interfaciale*

La méthode la plus courante pour mesurer la tension interfaciale implique l'utilisation d'une balance de torsion connue sous le terme « tensiomètre », décrit dans la norme ASTM sous la désignation D971 [40]. Le principe est basé sur la mesure de la force nécessaire pour déloger l'anneau de platine à l'interface entre l'huile et l'eau distillée (Figure 3.2). L'unité de mesure de la tension interfaciale est la dyne par centimètre (équivalent à  $\text{mN} / \text{m}$ ). Donc, plus l'huile se dégrade, plus cette valeur a tendance à diminuer.



**Figure 3.2 : Tensiomètre pour la mesure de la tension interfaciale.**

#### **3.2.4. La couleur**

La couleur est une propriété physique de l'huile. Typiquement, une huile neuve doit avoir un indice inférieur à 0,5 sur l'échelle de couleur de l'ASTM D1500 [41]. Une valeur faible sur l'indique une huile très raffinée et de très bonne pureté. La couleur des huiles peut

varier de transparente à opaque. Un changement de couleur de l'huile signifie un changement dans la composition chimique de l'huile ou de la présence de contaminants. En fonction de son emploi et l'oxydation qui en découle, la couleur devient visiblement plus sombre. Il faut toutefois être prudent sur les conclusions que l'on pourrait en tirer, car une huile claire peut s'avérer inacceptable et par contre une huile foncée peut rester en service sans aucun problème. En conclusion, la couleur seule ne suffit pas pour prendre une décision avertie et définitive, mais elle peut indiquer le besoin d'évaluer plus précisément les autres paramètres qui s'appliquent à l'oxydation de l'huile.

#### ❖ *Mesure de la couleur*

La norme ASTM sous la désignation D1500 [41], propose une méthode photométrique de détermination de la couleur des produits pétroliers, par transparence. À l'aide d'une lumière transmise, la couleur d'un échantillon est comparée, sous une épaisseur déterminée, à celle d'un filtre étalon coloré et numéroté suivant une gamme normalisée.

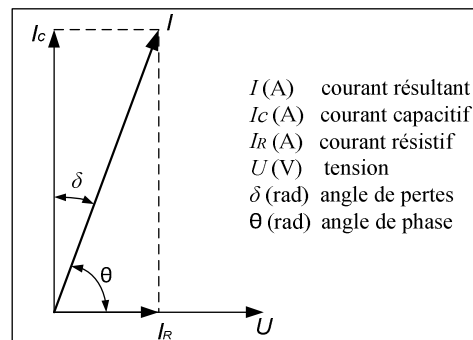
### **3.2.5. Facteur de dissipation et spectroscopie diélectrique**

Le facteur de dissipation diélectrique ( $\tan \delta$ ) d'un matériau isolant se définit comme la tangente de l'angle de perte  $\delta$ . L'angle de perte  $\delta$  est l'angle complémentaire de déphasage entre la tension appliquée et le courant (Figure 3.3) [42]. La qualité de l'isolation peut être évaluée grâce à la mesure du facteur de dissipation. Plus le facteur de dissipation est faible, moins il y a des pertes dans l'isolant. À une fréquence donnée, le comportement de l'isolant peut être représenté par un circuit équivalent constitué par un condensateur idéal avec une

résistance en parallèle. Un condensateur idéal n'a pas de perte et le déphasage entre la tension et le courant est de  $90^\circ$  degré. Dans un système réel, ce déphasage est de  $90^\circ$  degré moins l'angle  $\delta$  (Figure 3.3). Le facteur de dissipation est défini comme étant la tangente de cet angle  $\delta$ ; appelé aussi «  $\tan\delta$  ». Autrement dit, le facteur de dissipation est le rapport entre le courant  $I_R$  traversant la résistance et le courant  $I_C$  traversant le condensateur idéal.

$$\tan\delta = \frac{|I_R|}{|I_C|} = \frac{1}{\omega C_p R_p} \quad (3.2)$$

Avec  $C_p$ ,  $R_p$  sont la capacité et la résistance du circuit équivalent en parallèle.  $\omega$  est la pulsation et est égale à  $2\pi f$  où  $f$  est la fréquence en Hz.



**Figure 3.3 : Diagramme de Fresnel pour un condensateur contenant un diélectrique imparfait.**

Le facteur de dissipation fait partie des caractéristiques exigées pour la spécification des huiles minérales utilisées dans les transformateurs de puissance. Selon la norme ASTM D3487 [12], la limite de facteur de dissipation acceptée pour de telles huiles est de 0,05 %

mesuré à une fréquence de 60 Hz et à une température de 25°C. Un facteur de dissipation élevé peut signaler une contamination de l'huile par de l'humidité, des particules ou des contaminants polaires solubles. La mesure de  $\tan \delta$  fait aussi partie des essais couramment effectués sur les transformateurs de puissance. Mise en œuvre pour la fréquence industrielle (50 ou 60 Hz), les mesures sont effectuées entre les enroulements primaires et secondaires respectivement court-circuités. Les résultats de ces essais donnent de bonnes indications concernant l'état général du système isolant [43].

La spectroscopie dans le domaine fréquentiel ou FDS (Frequency domain spectroscopy) consiste à appliquer des tensions sinusoïdales à différentes fréquences à un équipement puis à mesurer pour chacune d'elles le module du courant et le déphasage entre le courant et la tension. À partir de l'impédance calculée, les paramètres pertinents comme le facteur de dissipation et la capacitance peuvent être calculés [42]. La spectroscopie diélectrique est en fait une généralisation de la mesure du facteur de dissipation ( $\tan \delta$ ) sur une plage de fréquences données.

Plusieurs travaux de recherches ont été effectués pour étudier l'influence de l'humidité, du vieillissement et de la température sur la réponse diélectrique du système d'isolation huile/ papier [44-48]. Les résultats de ces travaux ont montré qu'il est possible de refléter les différentes contraintes telles que l'humidité dans le papier, le vieillissement du papier cellulose et l'influence de la conductivité de l'huile à partir de l'analyse de la réponse diélectrique. Cette détection est en effet plus significative aux très basses fréquences [49, 50]. Cependant, plusieurs investigations ont été établies pour séparer l'effet du

vieillessement thermique, de l'influence de l'humidité sur la réponse fréquentielle. Selon les travaux réalisés par L. Ruijin, et al., le facteur de dissipation calculé dans la gamme de fréquences entre  $10^{-3}$  à  $10^{-1}$  Hz peut être utilisé pour indiquer la dégradation du papier imprégné en fonction de son degré de polymérisation [49].

#### ❖ *Mesure du facteur de dissipation*

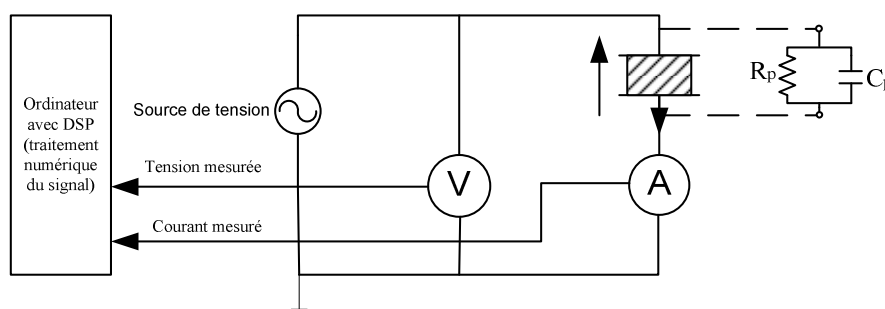
Plusieurs méthodes électriques ont été employées pour mesurer les paramètres diélectriques de l'isolation [51]. Dans le présent travail, les mesures du facteur de dissipation ont été effectuées à l'aide d'un appareil de diagnostic d'isolation, appelé IDA 200 [52] dont le principe est illustré à la Figure 3.4. D'une façon générale, le système mesure donc l'impédance du diélectrique à des fréquences spécifiques. L'impédance est mesurée par l'application d'une tension à travers l'échantillon. La tension et le courant sont ensuite mesurés avec une grande précision en utilisant un diviseur de tension et un électromètre (Ampère mètre), permettant ainsi de déterminer l'impédance. À partir de la mesure d'impédance, le IDA 200 calcule tous les paramètres diélectriques de l'isolation. Si l'isolation est représentée par un circuit équivalent parallèle (Figure 3.4), l'impédance dans ce cas est donnée par:

$$Z = \frac{R_p}{1 + j\omega R_p C_p} \quad (3.3)$$

Le IDA 200 calcule le facteur de dissipation comme suit:



$$\tan\delta = -\frac{Re(Z)}{Im(Z)} = \frac{1}{\omega C_p R_p} \quad (3.4)$$

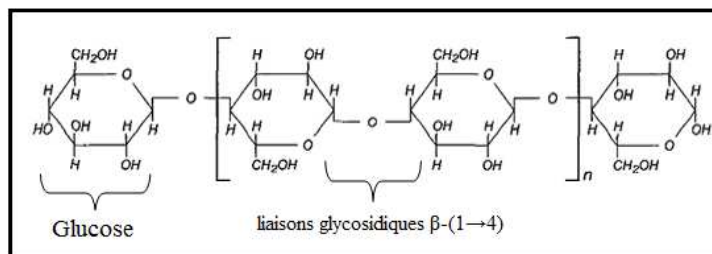


**Figure 3.4 : Principe de mesure de l'appareil IDA 200 [52].**

### 3.2.6. Degré de polymérisation ( $DP_n$ )

La cellulose, avec une proportion d'environ 90 %, représente l'élément principal du papier isolant. Chimiquement parlant, elle est formée de longues chaînes comprenant environ 1200 anneaux de glucose [8].

Les monomères de glucose sont liés par des liaisons glycosidiques  $\beta$ -(1→4), conduisant à des polymères linéaires (Figure 3.5). Ces polymères s'associent par des liaisons intermoléculaires de type liaisons hydrogène, conférant ainsi une structure fibreuse à la cellulose [53].



**Figure 3.5 : Structure chimique de cellulose.**

Le nombre moyen d'unités monomères de glucose dans la cellulose du papier peut être exprimé en  $DP_v$  (degré de polymérisation moyen). La dégradation du papier cellulose se traduit par la diminution de son degré de polymérisation ( $DP_v$ ), autrement dit, par la rupture des liaisons glycosidiques  $\beta$ -(1 $\rightarrow$ 4) qui relient les monomères de glucose.

La dégradation du papier est déterminée par la mesure de son degré de polymérisation ( $DP_v$ ). En pratique, cette technique est difficilement applicable car elle nécessite des arrêts fréquents du transformateur et la destruction de l'isolation solide. Depuis plusieurs années, de nombreuses études ont été réalisées pour développer des techniques indirectes d'évaluation de l'état de dégradation du papier isolant. En 1981, une relation entre les quantités d'oxyde de carbone CO et CO<sub>2</sub> dissous dans l'huile et le degré de polymérisation ( $DP_v$ ) du papier a été établie [54]. L'analyse des composés furaniques dans l'huile pourrait ainsi constituer un moyen de diagnostic de l'état de l'isolation solide. En 2001, d'importantes recherches sur de nouveaux traceurs chimiques ont été initiées à l'institut de recherches d'Hydro Québec (IREQ). Lors des essais de vieillissement sur des échantillons huile/papier, plusieurs molécules, présentant un intérêt de diagnostic potentiel pour évaluer

le papier isolant, ont été détectées. Mais, lorsque uniquement les sous-produits d'oxydation de l'huile sont pris en compte, seulement les molécules de l'acétone, le méthanol, le butane et l'éthanol sont à considérer [54]. Schaut, A et al. [54], ont étudié la stabilité de ces composés en fonction de la température. Ils ont conclu que le méthanol ( $\text{CH}_3\text{OH}$ ) est le plus stable et le plus significatif par rapport aux autres molécules.

En 2007 Jalbert et al. [55] ont démontré qu'il existe une relation directe entre la rupture des liaisons glycosidiques  $\beta$ -(1 $\rightarrow$ 4) de cellulose pendant le vieillissement thermique et la formation du méthanol. Leurs travaux ont été ensuite élargis pour étudier la cinétique de la production du méthanol ( $\text{CH}_3\text{OH}$ ) issu de la dépolymérisation de la cellulose. Leurs études ont été appliquées sur du papier isolant standard, ainsi que sur du papier amélioré thermiquement (PA) [56, 57].

#### ❖ *Mesure de Degré de polymérisation ( $\text{DP}_v$ )*

Dans ce travail, la mesure de degré de polymérisation ( $\text{DP}_v$ ) a été utilisée à titre indicatif de la dégradation du papier isolant. La détermination du degré de polymérisation moyen ( $\text{DP}_v$ ) de la cellulose se fait souvent par une méthode viscosimétrique après dissolution de la cellulose dans la cupréthylènediamine.

Le principe de la méthode est décrit dans la norme D4243 d'ASTM [58]. Le résumé des étapes de mesure se présente comme suit:

#### ➤ Préparation du papier imprégné

Le papier imprégné d'huile est préalablement dégraissé à l'hexane au Soxhlet, puis conservé au dessiccateur à température ambiante.

➤ Dissolution du papier

Une masse de papier (25 mg) est découpée en petits morceaux de 1 à 2 mm<sup>2</sup> avec des ciseaux et en portant des gants pour ne pas contaminer le papier, puis mise dans un Erlenmeyer contenant 22,5 ml d'eau distillée. Le papier est imprégné pendant 30 minutes, après quoi, 22,5 ml de Cupriéthylènediamine sont ajoutés. L'Erlenmeyer est fermé hermétiquement puis agité pendant 18 heures. Après les 18 heures de dissolution, la solution est décantée pendant 1 heure.

➤ Mesure de la viscosité et détermination de  $DP_v$

Elle est effectuée à l'aide d'un viscosimètre de type cellulose (Cannon-Fenske Routine), de constante C comprise entre 0,0001 et 0,00013 Stokes/ seconde, dans un bain thermostaté à  $20 \pm 0,1$  °C.

Le  $DP_v$  est alors calculé à partir de la relation :

$$\eta = k \cdot DP_v^\alpha \quad (3.5)$$

Où  $k$  et  $\alpha$  sont des constantes caractéristiques du système polymère-solvant.

Pour le système papier-Cupriéthylènediamine :  $k=7,5 \cdot 10^{-3}$  et  $\alpha=1$ .

La viscosité intrinsèque  $\eta$  est obtenue à partir de la viscosité spécifique  $\eta_s$  par la formule empirique donnée par Martin [58] :

$$\eta_s = \eta \cdot c \cdot 10^{k \cdot \eta \cdot c} \quad (3.6)$$

Avec:  $\eta_s = \frac{\text{temps d'écoulement de la solution de papier} - \text{temps d'écoulement du solvant}}{\text{temps d'écoulement solvant}}$

$$\text{Et } c = \frac{(\text{masse de papier}) \cdot 100}{45} \cdot \frac{1}{1+H}$$

où  $H$  est la teneur en eau du papier en %

### 3.3. Nouvelles méthodes de diagnostic non destructives

#### 3.3.1. La spectrophotométrie ultraviolet/visible

La spectrophotométrie est largement utilisée en analyse quantitative dans divers domaines. Cette technique repose sur l'absorption d'une substance chimique du rayonnement électromagnétique dans la gamme de l'ultraviolet (185-400 nm) et du visible (400-700 nm) [32]. En effet, l'absorption a pour origine l'interaction des photons de la source lumineuse avec les ions ou molécules de l'échantillon. Ainsi, lorsqu'une molécule absorbe un photon de l'UV/Visible, l'énergie correspondante est captée par un ou plusieurs de ses électrons superficiels. Les groupes fonctionnels des composés organiques porteurs de tels électrons et responsables de l'absorption en UV/VIS sont appelés groupements chromophores [32].

Au niveau de l'isolation des transformateurs, l'huile minérale se dégrade au cours du temps sous l'effet de l'oxydation et de la température en présence de l'humidité. Cela, entraîne la formation des produits de décomposition dissous dans l'huile. Ces produits de dégradation sont constitués de divers composés organiques tels que les peroxydes, les aldéhydes, les cétones et les acides organiques. Toutes ces composantes vont être absorbées par le papier, ce qui conduit au vieillissement prématuré du transformateur de puissance. Par conséquent, l'évaluation des produits de décomposition dissous avec la spectrophotométrie UV/VIS peut être utilisée comme indicateur de la dégradation de l'huile minérale. Les travaux de recherches réalisés sur la spectrophotométrie UV/VIS ont montré leur efficacité en tant qu'outil de diagnostic de l'état de l'isolation liquide des transformateurs de puissance [59-61]. Récemment, une nouvelle étude a démontré la possibilité d'utiliser la spectrophotométrie UV/VIS pour estimer les concentrations des dérivés furaniques dans l'huile des transformateurs [62-64].

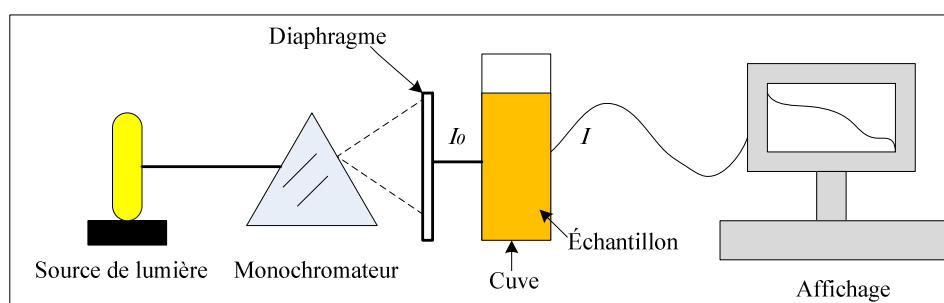
#### ❖ *Principe et méthode de mesure de la spectrophotométrie UV/VIS*

La Figure 3.6 montre la structure de base d'un spectrophotomètre. Il se compose d'un monochromateur qui permet de diviser la lumière générée par une source de lumière en plusieurs longueurs d'ondes ou lumière chromatique. Ensuite, un diaphragme pour sélectionner les longueurs d'ondes souhaitées par l'utilisateur est employé. Les longueurs d'ondes incidentes d'intensité  $I_0$  passent à travers une cuve contenant l'échantillon étudié. Le photomètre détecte alors la quantité de photons qui sont absorbés par l'échantillon en mesurant l'intensité  $I$  de la lumière transmise. Le résultat est représenté comme un spectre

de l'absorbance en fonction de la longueur d'onde. Les mesures reposent sur la loi de Beer-Lambert qui relie dans certaines conditions, l'absorption de la lumière à la concentration d'un composé en solution [32]. La loi de Beer-Lambert peut s'exprimer ainsi :

$$A = \log_{10}(I_0/I) = \varepsilon_{\lambda} l C \quad (3.7)$$

Où  $A$  désigne l'absorbance, paramètre optique sans dimension,  $l$  est l'épaisseur (en cm) de l'échantillon traversée,  $C$  est la concentration molaire et  $\varepsilon_{\lambda}$  le coefficient d'absorption molaire ( $\text{L mol}^{-1} \text{cm}^{-1}$ ) à la longueur d'onde à laquelle la mesure est effectuée.



**Figure 3.6 : Structure de base d'un spectrophotomètre UV/Visible.**

Selon la norme ASTM D6802 [65], les produits de décomposition dissous peuvent être évalués par la spectrophotométrie en mesurant l'intégrale de la surface en dessous de la courbe d'absorbance sur une longueur d'onde comprise entre 360 et 600 nm (aire sous la courbe). Plus l'huile isolante vieillit, plus l'aire en dessous de la courbe d'absorbance augmente [66]. Cette valeur indique la quantité relative des produits de décomposition dissous présents dans l'huile et est appelée DDP (*Dissolved Decay Products*).

L'appareil utilisé au cours de ce travail est le spectrophotomètre T60 UV/Visible de Thuramed (Figure 3.7). C'est un spectrophotomètre à doubles faisceaux, ce qui lui permet de faire des mesures différentielles entre l'échantillon et le blanc analytique (la cuve vide dans notre cas). L'avantage du double faisceau permet d'éliminer l'effet de la cuve sur le spectre d'absorbance.



**Figure 3.7 : Spectrophotomètre T60 UV/Visible de Thuramed.**

### **3.3.2. La turbidité**

Le terme de «turbidité» est utilisé pour décrire l'apparence trouble ou laiteuse d'un liquide (l'eau) ou d'un solide tel que les vitres de fenêtre (verre translucide).

En termes physiques, la turbidité est due à des particules de différentes tailles dispersant ou absorbant la lumière, donnant ainsi au milieu en question une apparence



trouble. La turbidité désigne donc la teneur d'un liquide en particules suspendues ou en matière colloïdale.

L'oxydation de l'huile de transformateur commence dès que le transformateur est mis sous tension. Comme le processus d'oxydation progresse, les acides et les composés polaires se forment et deviennent à leur tour des boues. Ces boues enduiront alors les surfaces de transfert de chaleur sur les différentes parties du transformateur, réduisant la capacité de transfert de chaleur du système. La température de fonctionnement augmente, ce qui accélère la dégradation de l'huile. La détection précoce de la formation des boues est donc très importante pour qu'une action corrective puisse être prise.

En 2003, la norme ASTM a introduit cette technique comme étant une méthode de diagnostic de l'huile minérale sous la désignation ASTM D 6181-03 [67]. Malheureusement, en 2012, cette dernière a été retirée de la norme parce qu'il n'y avait pas de mise à jour de la norme comme le suggère l'ASTM tous les huit ans. Selon la norme ASTM D 6181, l'augmentation de la turbidité dans l'huile des transformateurs de puissance indique une augmentation de la quantité de dépôts insolubles, de solides en suspension, produites par des sources extérieurs comme le vernis et les matières métalliques utilisés dans le transformateur, ou par des réactions chimiques internes telles que l'oxydation [67]. Les travaux réalisés sur des isolants liquides, soumis à un vieillissement accéléré ont montré l'applicabilité de cette méthode [59]. J. S. N'Cho et al. [68, 69] ont utilisé la turbidité comme outil de vérification de l'état de l'huile après reconditionnement. I. Fofana et al. [70] ont étudié l'influence des contaminants dissous et non dissous, évalués avec

spectrophotométries UV/VIS et la turbidité, sur la tendance des charges électrostatiques dans l'huile.

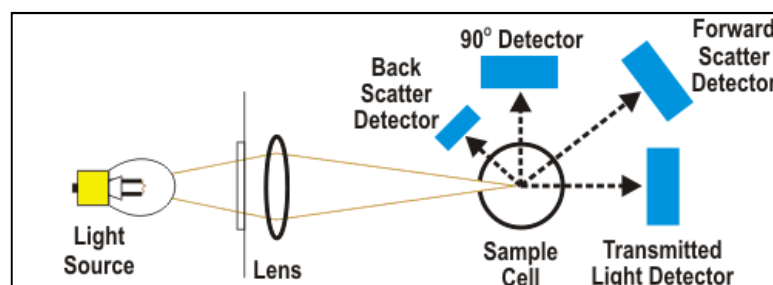
### ❖ *Principe de la turbidité*

La néphélométrie est le nom donné à la mesure par photométrie de la teneur de particules en suspension [71]. Elle consiste à mesurer l'intensité de la lumière diffusée à un angle de  $90^\circ$  par rapport à la lumière incidente. La lumière diffusée à  $90^\circ$  a plus particulièrement été étudiée par le physicien Tyndall en 1869 [71]. Il a observé que les particules étaient invisibles dans l'axe d'un faisceau lumineux, mais qu'elles étaient discernables sur le côté du faisceau et plus particulièrement à  $90^\circ$ . Il a démontré que l'intensité de la lumière diffusée est directement proportionnelle au nombre de particules en suspension. La turbidité néphélométrique est exprimée en unité NTU (*Nephelometric Turbidity Unit*). De nos jours, il existe des turbidimètres avec plusieurs détecteurs comme c'est le cas du modèle 2100AN utilisé au cours de ce travail (Figure 3.8). Ce modèle dont le principe est illustré sur la Figure 3.9, est destiné à des applications spéciales permettant de prendre en compte la coloration et la répartition granulométrique. Les trois détecteurs avant, arrière et à  $90^\circ$  offrent une bonne stabilité, linéarité, sensibilité et faible lumière parasite [72]. Ce turbidimètre utilise la néphélométrie à ratio qui consiste à mesurer le ratio entre la lumière diffusée à  $90^\circ$  et la lumière transmise. Ce procédé permet d'obtenir un instrument plus performant en présence d'un échantillon coloré. La lumière transmise, et la lumière diffusée à  $90^\circ$  sont affectées de la même façon par la couleur dans la mesure où elles traversent la même distance à travers l'échantillon. Ceci minimise l'effet de la

coloration d'un échantillon, mais une partie de la lumière provenant de la source de l'instrument peut être absorbée par l'échantillon coloré. Pour palier à ce problème, l'appareil utilise un filtre de couleur dans la région du spectre visible. En effet, l'huile minérale absorbe la lumière à environ 400 nm. Cependant, lors du processus de décomposition de l'huile par l'effet de l'oxydation, l'absorption tend vers des longueurs d'onde plus élevées, mais elles ne dépassent pas 600 nm. C'est pour cette raison d'ailleurs que la spectrophotométrie UV/ Visible (§ 3.3.1) est utilisée dans la gamme 360 - 600 nm. Par conséquent, la détermination de la turbidité à 600 nm réduit encore plus l'influence négative de la couleur.



**Figure 3.8 : Turbidimètre 2100N de la compagnie HACH.**



**Figure 3.9 : Principe de turbidimètre 2100AN [73].**

### 3.4. Conclusion

Les transformateurs de puissance représentent des éléments critiques dans un réseau électrique. Les pertes financières associées à leur indisponibilité justifient largement la mise en place de moyens de surveillance et de protection dont l'objectif visé consiste à évaluer l'état effectif des transformateurs et limiter leur risque de défaillance. Le diagnostic et le suivi de la maintenance permet de prévenir ces risques et de s'assurer de leur performance et de leur pérennité. Actuellement, une variété d'outils est disponible pour évaluer l'état du transformateur. Cependant, le développement de nouvelles méthodes de diagnostic efficace, et précis, facile et rapide est toujours d'actualité. Les méthodes de mesure passées en revue dans ce chapitre sont, pour la plupart d'entre elles, largement utilisées et permettent de prévenir de nombreux incidents. Chacune de ces méthodes a cependant ses particularités (sensibilité, aptitude). En plus des méthodes traditionnelles, des méthodes alternatives ont été présentées. Ces méthodes alternatives présentées, font partie des méthodes explorées dans ce travail.

Lorsqu'on parle de diagnostic, il est nécessaire de parler aussi de la surveillance. La surveillance continue et en ligne de l'état de l'isolation des transformateurs est indispensable à la gestion de leurs états. Elle permet d'obtenir continuellement des informations sur l'état de l'isolation, de détecter des tendances dangereuses et de planifier très tôt des mesures correctrices. De telles évaluations en ligne garantissent un fonctionnement sûr et fiable tout au long de la durée de vie prévue du transformateur. Le chapitre suivant présente une étude de faisabilité d'un capteur capacitif dit interdigité dédié à la surveillance de l'état du papier imprégné des transformateurs.

## **CHAPITRE 4**

### **ÉTUDE DE LA FAISABILITÉ D'UN CAPTEUR POUR LA SURVEILLANCE EN LIGNE DES TRANSFORMATEURS DE PUISSANCE**

## **CHAPITRE 4**

### **ÉTUDE DE LA FAISABILITÉ D'UN CAPTEUR POUR LA SURVEILLANCE EN LIGNE DES TRANSFORMATEURS DE PUISSANCE**

#### **4.1. Introduction**

La surveillance en ligne de l'état de l'isolation des transformateurs constitue un élément essentiel qui contribue à garantir la continuité et la fiabilité du fonctionnement de tels équipements. Cela permet par conséquent de réduire les coûts et les pertes économiques associées à leur indisponibilité.

Bon nombre d'outils permettant de surveiller en permanence l'état de l'huile en service sont de plus en plus en cours d'installation sur les transformateurs. Toutefois, ces techniques ne permettent pas une analyse directe de l'état du papier isolant.

En pratique pour évaluer l'état du papier, le moyen le plus utilisé jusqu'à présent est basé sur l'analyse des dérivés furaniques. Ces dérivés résultent de la dégradation de l'isolation cellulosique, dissous dans le diélectrique liquide (l'huile). Ils constituent à l'heure actuelle des traceurs chimiques «de prédilection», qui ont démontré leur application dans l'industrie. Cependant, ils connaissent un succès modéré pour le papier kraft standard. Pour les papiers thermiquement stabilisés, leur application reste encore à démontrer. De plus,

À chaque fois que l'huile est traitée ou régénérée pour ôter les produits dissous ou simplement changée, ses caractéristiques changent et l'information sur les traces chimiques (produits furaniques) en sont profondément altérées. Ceci rend cette alternative inefficace à long terme.

La mesure des paramètres diélectriques de l'isolation notamment le facteur de dissipation diélectrique fait partie des tests couramment effectués sur les transformateurs de puissance. Les résultats de ces tests donnent de bonnes indications concernant le vieillissement de l'isolation solide. La mesure des paramètres diélectriques sur une plage de fréquences permettant d'avoir plus d'information sur l'état de l'isolation a connu un développement considérable ces dernières années. Au niveau de l'industrie, il est devenu maintenant possible d'évaluer l'humidité dans le papier et dans l'huile ainsi que leur état de dégradation seulement à partir de l'analyse de la réponse diélectrique.

Dans ce projet de recherche, nous proposons une nouvelle alternative qui pourra donner des informations dynamiques sur la qualité du papier en proposant d'utiliser une mesure en ligne. L'idée consiste à implanter des capteurs qui porteront, comme isolant, le même papier cellulose utilisé comme diélectrique solide dans le transformateur sur laquelle se basera l'analyse de la réponse diélectrique.

## **4.2. Choix du capteur**

Pour surveiller l'état des transformateurs de puissance en ligne, de nombreux capteurs sont montés sur le transformateur de puissance pour enregistrer un ensemble de paramètres



critiques. Des paramètres tels que la température des points chauds au niveau des enroulements et les décharges partielles sont détectées grâce à des capteurs de type optique et acoustiques, ou autres [2, 28].

Un capteur capacitif représente un outil très intéressant permettant de mesurer les paramètres diélectriques du papier imprégné. L'une des structures capacitives la plus utilisée est la structure interdigitée [74]. Les capteurs capacitifs interdigités sont utilisés dans plusieurs domaines de la technologie, notamment en chimie et la détection de l'humidité [74].

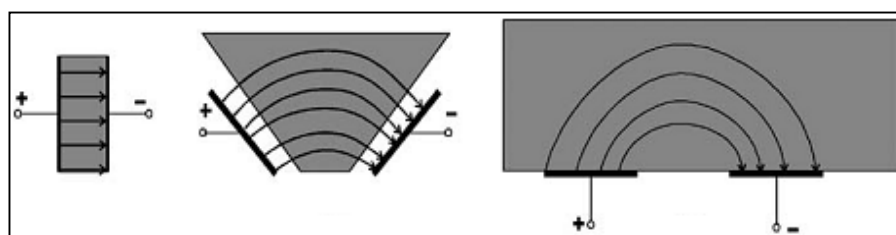
Plusieurs études ont été effectuées durant ces deux dernières décennies en utilisant ce type de capteur [75-77] pour évaluer la dynamique de l'humidité dans le carton (pressboard) imprégné du transformateur de puissance. Parmi ces études, on trouve les travaux de Y. Du et *al.* qui ont étudié les réponses diélectriques de trois configurations de capteurs interdigités sur une gamme de fréquence allant de 0,005 Hz jusqu'à 10 kHz en fonction de la diffusion de l'humidité dans le papier isolant (pressboard) [78].

En se basant sur ces travaux, il a été décidé d'utiliser le même concept pour étudier la réponse diélectrique des capteurs interdigités en fonction du vieillissement thermique du papier imprégné. Trois capteurs avec trois configurations de longueur d'onde spatiale ont été conçus. Le facteur de dissipation a été mesuré et analysé sur une plage de fréquences (0,01 Hz - 1 kHz) en fonction de la durée de vieillissement et de l'humidité. En plus, un

nouveau paramètre diélectrique permettant d'évaluer l'état du papier imprégné à partir de la réponse diélectrique du capteur interdigité a été proposé.

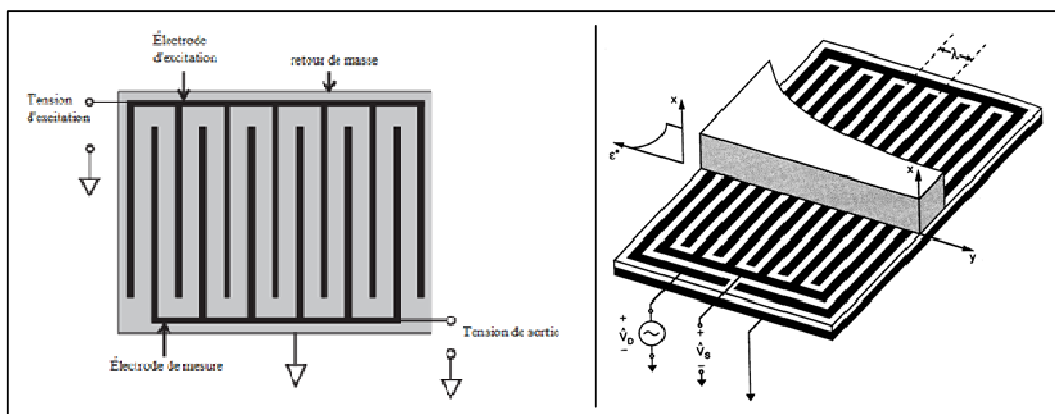
### 4.3. Principe des capteurs interdigités

Les capteurs interdigités sont basés sur le même principe de fonctionnement qu'un condensateur plan sauf que la configuration des électrodes est coplanaire. Cela permet un accès unique au matériel sous test. La Figure 4.1 présente la transition d'une configuration plane à une configuration coplanaire. Dans les trois configurations de la Figure 4.1, le champ électrique passe à travers le matériau sous test où l'impédance entre les deux électrodes dépend de ses propriétés diélectriques ainsi que la géométrie des électrodes.



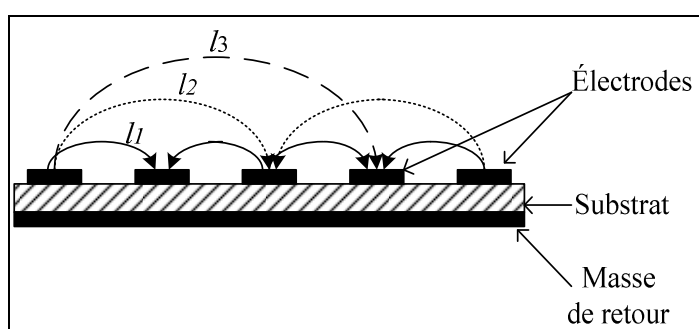
**Figure 4.1 : Configuration du condensateur coplanaire.**

Afin d'augmenter la sensibilité du capteur et le ratio signal/ bruit, il est nécessaire d'utiliser plusieurs électrodes [79]. La géométrie la plus utilisée dans les dispositifs capacitifs intégrés est le réseau d'électrodes interdigitées (Figure 4.2) car elle permet de maximiser la surface de détection en contact direct avec l'environnement à caractériser [79].



**Figure 4.2 : Structure capacitive interdigitée [79].**

La répartition du champ électrique et sa distance de pénétration dans le matériel à analyser dépendent de la périodicité des électrodes (appelé : longueur d'onde spatiale ou  $\lambda$ ), c'est-à-dire de l'espacement entre les doigts d'électrodes qui définit la répartition des lignes du champ électrique et donc la valeur de la capacité (Figure 4.3).

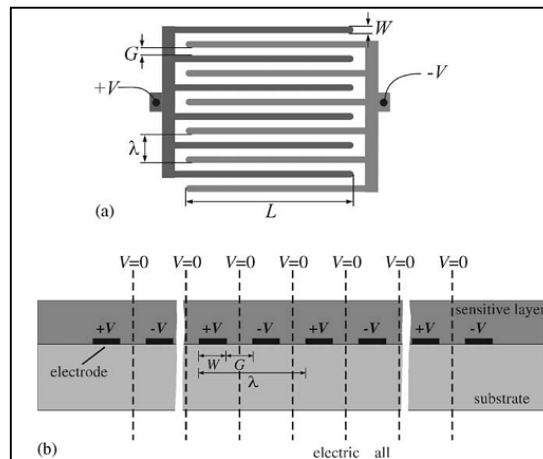


**Figure 4.3 : Répartition du champ électrique en fonction de la distance entre les électrodes d'excitation et de mesures ( $l_1$ ,  $l_2$ ,  $l_3$ ) [80].**

#### 4.4. Estimation des capacités par la méthode des capacités partielles

Dans la littérature, différents modèles ont été proposés dans le but d'évaluer les capacités dans les systèmes coplanaires. Les plus courants reposent sur la méthode des capacités partielles qui utilisent les transformations conformes [74]. Ces transformations mathématiques analytiques permettent de calculer, à partir de la formule connue du condensateur plan, les capacités dans les systèmes coplanaires à l'aide d'un rapport d'intégrales elliptiques  $K(k)$ .

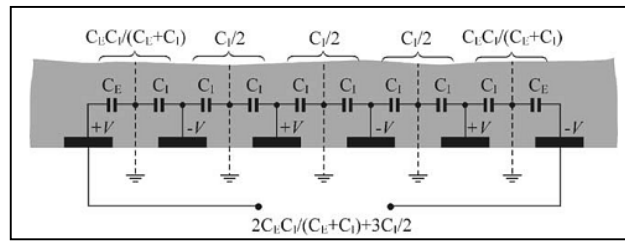
En 2004, R. Igreja a proposé un modèle général, applicable à n'importe quelle structure multicouche d'électrodes coplanaires interdigitées; un exemple est donné dans la Figure 4.4 [74].



**Figure 4.4 : (a) Motif représentant deux électrodes interdigitées et (b) Vue en coupe du réseau d'électrodes interdigitées et distribution des potentiels électriques selon [74].**

La Figure 4.4 montre que chaque électrode est connectée à un potentiel fixe ( $V+$  et  $V-$ ). Selon R. Igreja, par symétrie, les plans perpendiculaires entre les électrodes sont des plans équipotentiels avec  $V = 0$ . Deux types de capacité sont alors définis en fonction de leur localisation dans le réseau interdigité (Figure 4.5) :

- la capacité  $C_I$  entre une électrode « interne » au réseau et le potentiel nul,
- la capacité  $C_E$  entre une électrode « externe » au réseau et le potentiel nul.



**Figure 4.5 : Exemple du circuit équivalent à une structure multicouche d'électrodes interdigitées à six électrodes selon [74].**

La capacité totale de la structure interdigitée s'écrit :

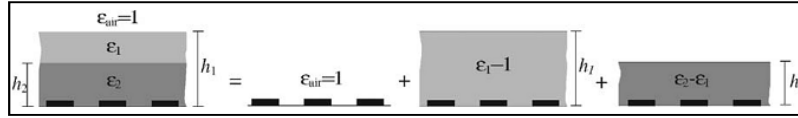
$$C = (N - 3) \frac{C_I}{2} + 2 \frac{C_I C_E}{C_I + C_E}, \quad N > 3 \quad (4.1)$$

Où  $N$  représente le nombre total d'électrodes.

Les deux capacités  $C_I$  et  $C_E$  peuvent être calculées pour plusieurs couches présentes au-dessus des électrodes, en utilisant la méthode des capacités partielles. La Figure 4.6 et

l'équation (4.2) illustrent le principe de cette technique, où la capacité totale  $C_u$  est la somme des capacités partielles.

$$C_u = C_{h=\infty} + (\varepsilon_1 - 1)C_{h=h_1} + (\varepsilon_2 - \varepsilon_1)C_{h=h_2} \quad (4.2)$$



**Figure 4.6 : Principe des capacités partielles.**

Chaque capacité partielle est calculée avec des transformations conformes à l'aide d'un rapport d'intégrale elliptique  $K(k)$ , comme suit :

$$\begin{cases} C_I = \varepsilon_0 \varepsilon_r L \frac{K(k_I)}{K(k'_I)} \\ C_E = \varepsilon_0 \varepsilon_r L \frac{K(k_E)}{K(k'_E)} \end{cases} \quad (4.3)$$

Avec  $k' = \sqrt{1 - k^2}$

Dans la relation (4.3),  $\varepsilon_0$  représente la constante diélectrique du vide,  $\varepsilon_r$  la partie réelle de la permittivité diélectrique,  $L$  la longueur des électrodes et  $K(k)$  est l'intégrale elliptique totale du premier ordre et  $k$  son module.

Utilisant les équations ci-haut, les capacités totales internes et externes s'écrivent :

$$\begin{cases} C_{I,tot} = \varepsilon_0 L \left( \frac{K(k_{I\infty})}{K(k'_{I\infty})} + (\varepsilon_1 - 1) \frac{K(k_{I,1})}{K(k'_{I,1})} + \varepsilon_s \frac{K(k_{I\infty})}{K(k'_{I\infty})} \right) \\ C_{E,tot} = \varepsilon_0 L \left( \frac{K(k_{E\infty})}{K(k'_{E\infty})} + (\varepsilon_1 - 1) \frac{K(k_{E,1})}{K(k'_{E,1})} + \varepsilon_s \frac{K(k_{E\infty})}{K(k'_{E\infty})} \right) \end{cases} \quad (4.4)$$

Où  $\varepsilon_s$  est la permittivité du substrat.

En substituant  $C_{I,tot}$  et  $C_{E,tot}$  dans l'expression de la capacité total ( équation (4.1)) on montre que la capacité du capteur s'écrit :

$$C_{tot} = (N - 3) \frac{C_{I,tot}}{2} + 2 \frac{C_{I,tot} C_{E,tot}}{C_{I,tot} + C_{E,tot}} \quad (4.5)$$

Les équations détaillées, indispensables aux calculs des capacités partielles, sont fournies dans le Tableau 4.1.

**Tableau 4.1 : Équations utilisées pour le calcul des capacités CI et CE selon Igreja [74].**

	Interior electrodes	Exterior electrodes
Finite layer	$C_I = \varepsilon_0 \varepsilon_r \frac{K(k_I)}{K(k'_I)}$ $k'_I = \sqrt{1 - k_I^2}$ $k_I = t_2 \sqrt{\frac{t_4^2 - 1}{t_4^2 - t_2^2}}$ $t_2 = \operatorname{sn}(K(k)\eta, k)$ $t_4 = \frac{1}{k}$ $k = \left( \frac{v_2(0, q)}{v_3(0, q)} \right)^2$ $q = \exp(-4\pi r)$	$C_E = \varepsilon_0 \varepsilon_r \frac{K(k_E)}{K(k'_E)}$ $k'_E = \sqrt{1 - k_E^2}$ $k_E = \frac{1}{t_3} \sqrt{\frac{t_4^2 - t_3^2}{t_4^2 - 1}}$ $t_3 = \cos h \left( \frac{\pi(1 - \eta)}{8r} \right)$ $t_4 = \cos h \left( \frac{\pi(\eta + 1)}{8r} \right)$
Infinite layer	$C_I = \varepsilon_0 \varepsilon_r \frac{K(k_{I\infty})}{K(k'_{I\infty})}$ $k_{I\infty} = \sin \left( \frac{\pi}{2} \eta \right)$	$C_E = \varepsilon_0 \varepsilon_r \frac{K(k_{E\infty})}{K(k'_{E\infty})}$ $k_{E\infty} = \frac{2\sqrt{\eta}}{1 + \eta}$

Le rapport de métallisation  $\eta$  utilisé dans certaines équations, est défini par :

$$\eta = \frac{W}{W + G} = \frac{2W}{\lambda} \quad (4.6)$$

Où  $G$  représente la distance inter-électrode,  $W$  la largeur des électrodes et  $\lambda$  la longueur d'onde spatiale du réseau périodique (Figure 4.4 (a)).

## 4.5. Conception et fabrication du capteur

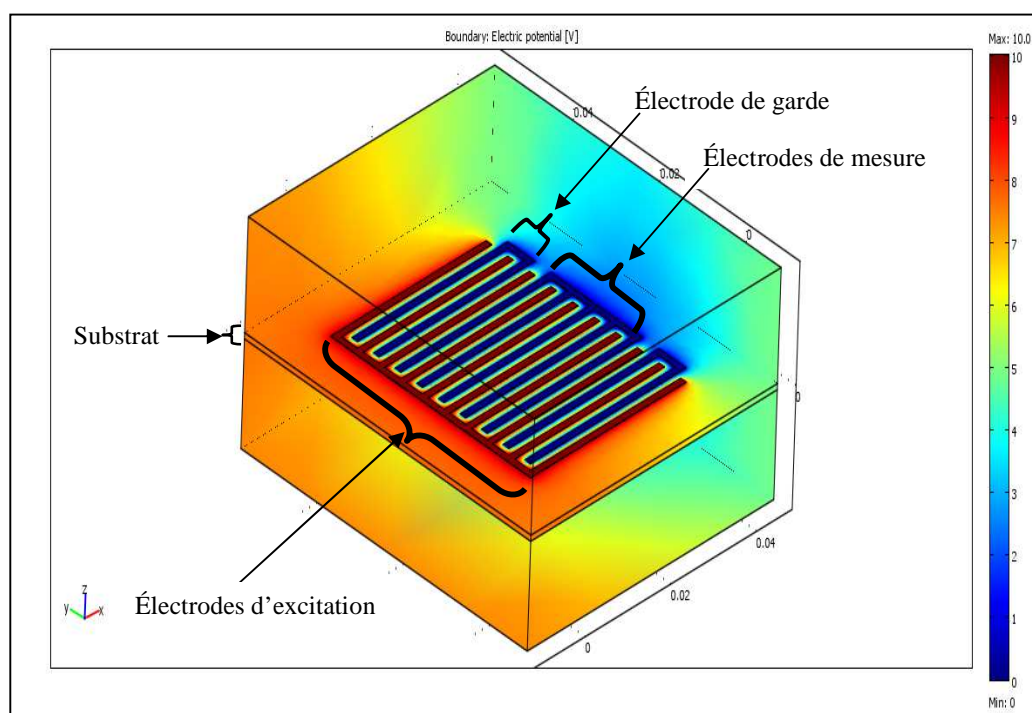
### 4.5.1. Simulation numérique des capteurs

Avant de procéder à la conception des capteurs, une modélisation 3D sous COMSOL a été réalisée. Les simulations numériques dont le principe repose sur la méthode des éléments finis, ont permis d'étudier l'impact du type de substrat et de son épaisseur sur la distribution du champ électrique dans l'échantillon sous essai. Elles ont également permis de calculer la valeur de capacité des capteurs pour les valider avec les mesures après la conception. La modélisation a permis aussi d'étudier l'épaisseur du papier nécessaire pour être installé sur les capteurs en fonction de ses dimensions. La configuration des électrodes choisies dans ce travail est basée sur les travaux réalisés par Sheiretov et al [76]. Pour cette étude, trois capteurs avec trois longueurs d'onde spatiale, soit 5, 2,5 et 1 mm ont été conçus.

La Figure 4.7 représente le capteur interdigité dont la longueur d'onde spatial vaut 5 mm, modélisé sous COMSOL. Sur cette Figure, il est possible de distinguer les électrodes d'excitation, de mesure et de garde (pour éliminer les courants de fuite). Pour cette



modélisation, une tension de 10V a été appliquée, tension équivalente à celle utilisée par l'appareil RLC pour les mesures directes après la conception (§ 4.5.5). Le matériau choisi pour le substrat est du teflon (TLX8), qui se caractérise par sa stabilité thermique (jusqu'à 327°C) et sa résistance à la plupart des produits chimiques. L'épaisseur du substrat est de 0,8 mm et sa permittivité est 2,55. Un maillage triangulaire a été utilisé pour les trois capteurs.



**Figure 4.7 : Modélisation 3D du capteur interdigité ( $\lambda=5$  mm).**

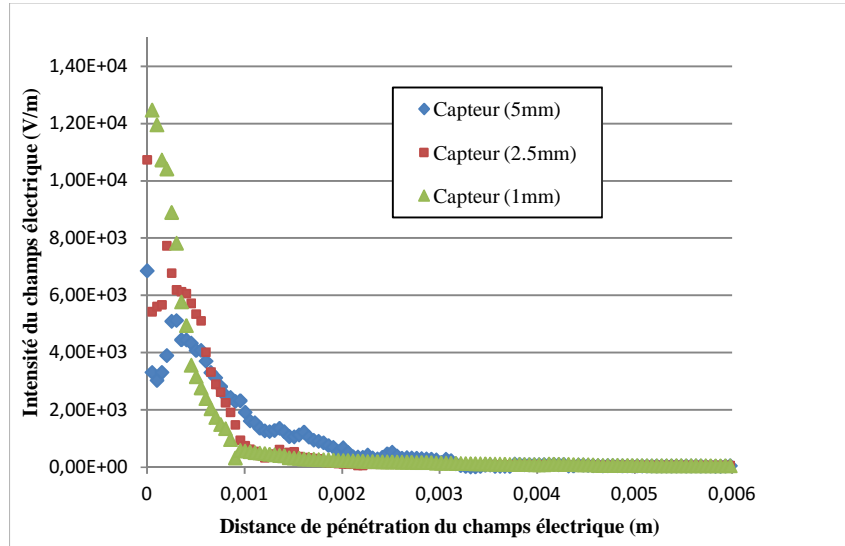
La Figure 4.8 représente la distribution de champ électrique le long de l'axe z, et le long de l'épaisseur de l'échantillon à analyser. L'échantillon sous essai est du papier imprégné d'huile minérale. La permittivité relative de ce système isolant a été calculée par

la relation de la permittivité relative équivalente de l'isolation inhomogène, donnée par la relation suivante [81] :

$$\varepsilon_r = \frac{\varepsilon_{r1}(1/p)}{1 + \frac{\varepsilon_{r1}}{\varepsilon_{r2}}(1/p - 1)} \quad (4.7)$$

Où  $\varepsilon_{r1}$  et  $\varepsilon_{r2}$  sont les permittivités relative de l'huile isolante et de la cellulose respectivement.  $p$  étant la porosité du papier tel que définit dans [81].

À partir de la Figure 4.8, il est possible de constater que le capteur #3 (1 mm, du Tableau 4.2) a une intensité du champ électrique au voisinage des électrodes plus élevées par rapport aux capteurs #1 et #2 (5 et 2,5 mm respectivement). Cependant, cette intensité diminue progressivement en fonction de la distance de pénétration jusqu'à ce qu'elle s'annule à une distance d'environ 3 mm. À une distance de pénétration d'environ 1 mm (le long de l'axe Z) le champ électrique du capteur #1 (5mm) devient plus élevé par rapport à celui du capteur #2 et capteur #1, ce qui confirme la dépendance de la pénétration du champ électrique avec la longueur d'onde spatiale des électrodes. À partir de ces résultats, une épaisseur de papier surdimensionné de 4 mm a été choisie pour l'installer sur les capteurs.



**Figure 4.8 : Distribution du champ électrique en fonction de sa distance de pénétration pour les trois capteurs.**

Les capacités des capteurs ont été aussi calculées. COMSOL calcule l'énergie électrostatique emmagasinée  $W_e$  à partir de laquelle la capacité  $C$  peut être déduite comme suit :

$$C = \frac{2W_e}{V^2} \quad (4.8)$$

Où  $W_e$  est donnée par l'intégrale du produit du déplacement électrique  $D$  par le champ électrique  $E$  sur un domaine  $\Omega$ .

$$W_e = \int_{\Omega} (D \cdot E) d\Omega \quad (4.9)$$

### 4.5.2. Calculs Analytiques

Les calculs analytiques sont basés sur la méthode proposée par R. Igreja [74]. Pour comparer les résultats analytiques avec les calculs numériques et les tests expérimentaux, la capacité de chaque capteur à vide (sans matériau sous test) a été calculée. Dans ces conditions le terme  $(\varepsilon_1 - 1) \frac{K(k_1)}{K(k'_1)}$  de l'équation (4.4) vaut zéro et l'expression des capacités internes  $C_I$  et externes  $C_E$  devient :

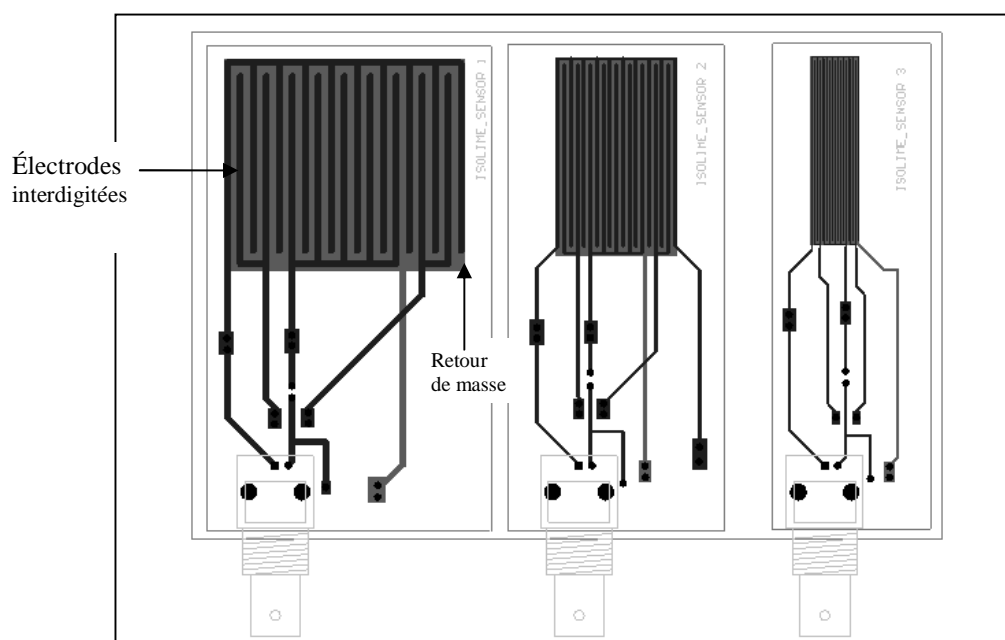
$$\begin{cases} C_{I,tot} = \varepsilon_0 L \left( \frac{K(k_{I\infty})}{K(k'_{I\infty})} + \varepsilon_s \frac{K(k_{I\infty})}{K(k'_{I\infty})} \right) \\ C_{E,tot} = \varepsilon_0 L \left( \frac{K(k_{E\infty})}{K(k'_{E\infty})} + \varepsilon_s \frac{K(k_{E\infty})}{K(k'_{E\infty})} \right) \end{cases} \quad (4.10)$$

Où la capacité totale est calculée comme indiqué dans l'équation (4.5). La couche sensible dans ces calculs est l'air. À cet effet, les équations spécifiques pour une couche infinie dans le Tableau 4.1 ont été utilisées.

### 4.5.3. Procédure de conception

Les capteurs ont été conçus sur un circuit imprimé à l'aide du logiciel Altium designer 9 (Figure 4.9). L'ensemble des documents reliés à la conception ont été transmis à la compagnie Avanticircuits Inc. pour la phase de fabrication. La technique de finition utilisée est HASL pour (Hot Air Solder Levelling ou Étamage par nivelage à l'air chaud). Après la

conception des capteurs, la valeur de la capacité de chaque capteur a été mesurée avec un appareil portatif appelé MW1008P dont le principe de calcul de la capacité est basé sur l'utilisation du pont RLC auto-équilibré. Les calculs ont été effectués à une fréquence de 1 kHz où l'effet capacitif est le plus dominant. Selon le manuel d'utilisation du MW1008P, 1 kHz constitue la fréquence pour laquelle la précision de l'instrument est optimale.



**Figure 4.9 : Conception des capteurs interdigités avec Altium.**

Le circuit imprimé est constitué d'une couche supérieure au-dessus du substrat représenté par un réseau d'électrodes interdigitées (Figure 4.9), et d'une couche conductrice inférieure en dessous du substrat pour le retour de masse (Figure 4.9). Cette couche conductrice a pour but d'éliminer les champs électriques d'électrodes qui pénètrent le substrat.

Le Tableau ci-dessous récapitule les paramètres de dimensionnement et les matériaux utilisés pour la conception des capteurs.

**Tableau 4.2 : Paramètres dimensionnels des capteurs.**

Paramètres	Symbole	Capteur 1	Capteur 2	Capteur 3
Longueur d'onde spatiale	$\lambda$	5 mm	2,5 mm	1 mm
Longueur des électrodes	L	33,75 mm	35 mm	34,83 mm
Largeur des électrodes	W	1,25 mm	0,625 mm	0,25 mm
Type de substrat et Épaisseur de substrat	TLX8 (Teflon)	0,8 mm	0,8 mm	0,8 mm
permittivité du substrat	$\epsilon_s$	2,55	2,55	2,55

Le Tableau 4.3 récapitule les résultats de la capacité à vide mesurée et calculés des capteurs ainsi fabriqués, à partir des calculs analytiques (méthode différentielle), simulation avec COMSOL et les mesures directes.

**Tableau 4.3 : Valeurs des capacités obtenues avec différentes méthodes de calcul.**

Capteur	Méthode de calcul de la capacité en pF			Erreur $ e (\%)$	
	Analytique	Numérique (COMSOL)	Mesure directe à 1 kHz	analytique	numérique
Capteur 1 (5mm)	9,77	11,34	11,5	15	1,4
Capteur 2 (2,5mm)	10,13	7,73	9,26	9,4	16
Capteur 3 (1mm)	10	6,6	8,36	19,61	21

À partir du Tableau 4.3, il est possible de constater que l'erreur entre la capacité mesurée et calculée numériquement du capteur 1 (5 mm) est plus faible que celles des capteurs 2 et 3 ( $\lambda=2,5$  et 1 mm). Ceci peut être dû au maillage par la présence des éléments

distordus qui peuvent nuire à la pertinence des résultats pour les capteurs 2 et 3. L'interférence des électrodes qui sont plus proches l'une de l'autre dans le cas du capteur 2 et 3 peut aussi nuire les résultats. Selon Larson et al [82], plus la distance entre les électrodes interdigités diminue, plus le phénomène de diaphonie (bruit) augmente [82]. Les résultats obtenus dans le Tableau 4.3 mettent en évidence ces hypothèses, où on peut remarquer que pour le capteur 3, dont la longueur d'onde spatiale est de 1 mm, présente une erreur plus élevée par rapport aux capteurs 2 et 1.

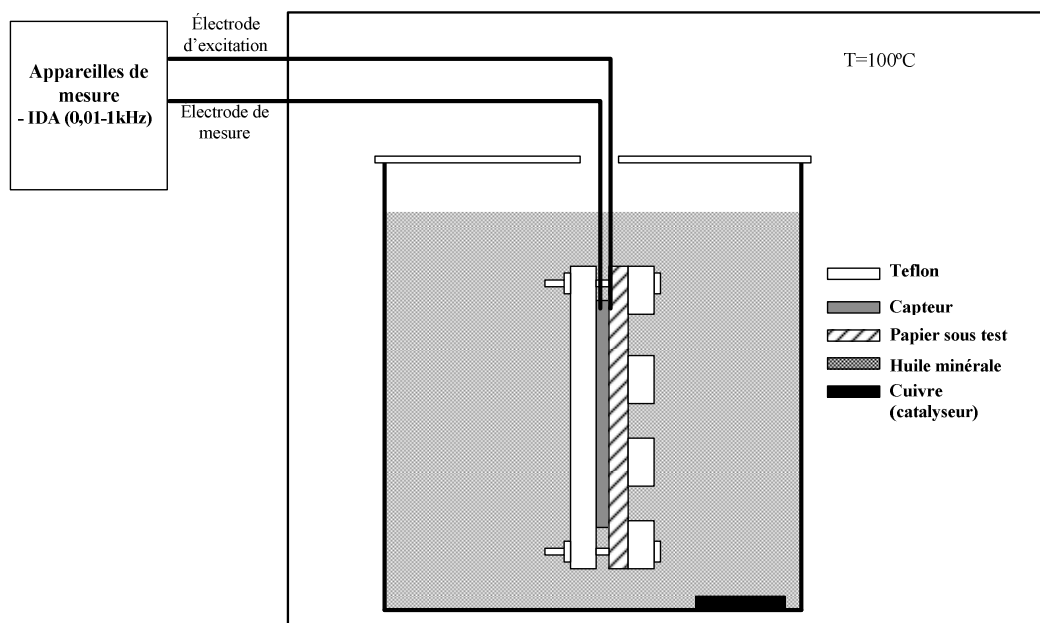
Les simulations numériques permettent d'estimer les capacités quelle que soit la configuration du capteur, contrairement aux modèles analytiques, dont la validité est limitée aux configurations les plus simples (électrodes identiques, pas d'électrode de garde). Dans la littérature, il a été montré que la présence d'une électrode de garde affecte la valeur des capacités [83]. Ce qui peut justifier l'écart entre les valeurs des capacités calculées analytiquement et mesurées.

#### **4.6. Partie Expérimentale et mesures réalisées sur les capteurs**

Avant de commencer une expérience, il est nécessaire de sécher/dégazer l'huile, et sécher le papier pour éliminer toutes les interférences qui peuvent affecter les résultats comme l'humidité. Dans ce travail, le papier et l'huile ont été préalablement séchés. L'huile minérale est séchée dans une cuve contenant du gel de silice hermétiquement fermée, et pour dégazer l'huile, une pompe à vide a été installée sur la cuve pendant 24 heures. Le papier est séché sous vide dans un four à convection, à 110°C pendant 48 heures. Les échantillons de papier ainsi préparés sous vide sont immédiatement imprégnés d'huile.

Après l'imprégnation, des échantillons du papier Kraft ont été fixés sur les capteurs où l'épaisseur utilisée (4 mm) est estimée après une simulation sous Comsol de telle sorte que le champ électrique pénétrant l'échantillon du papier ne dépasse pas cette épaisseur.

L'ensemble des capteurs et papiers ont été immergés dans l'huile minérale, et soumis à un vieillissement accéléré à une température de 100°C, comme le montre le schéma de la Figure 4.10.



**Figure 4.10 : Montage expérimental pour le vieillissement et la mesure de la réponse diélectrique des capteurs interdigités.**

Le vieillissement a duré 2500 heures (3 mois et demi). Des prélèvements d'échantillons ont été effectués périodiquement toutes les 500 heures (500 heures, 1000, 1500, 2000 et



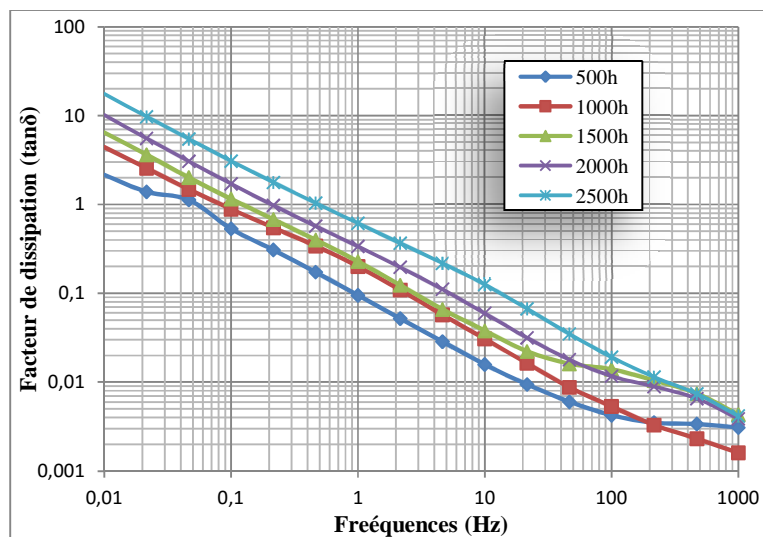
2500 heures) et ont été complétées par des analyses physico-chimiques afin d'évaluer le degré de dégradation/vieillissement du système isolant à des fins de comparaison.

Les mesures de la réponse diélectrique ont été effectuées en cours de vieillissement. Pour cela, deux fils à gaine en téflon (excitation et mesure) de chaque capteur ont été connectés à l'appareil de mesure IDA 200 [52]. Pour chaque durée de vieillissement, l'impédance et le facteur de dissipation ont été mesurés sur une gamme de fréquences allant de 0,01 Hz à 1 kHz.

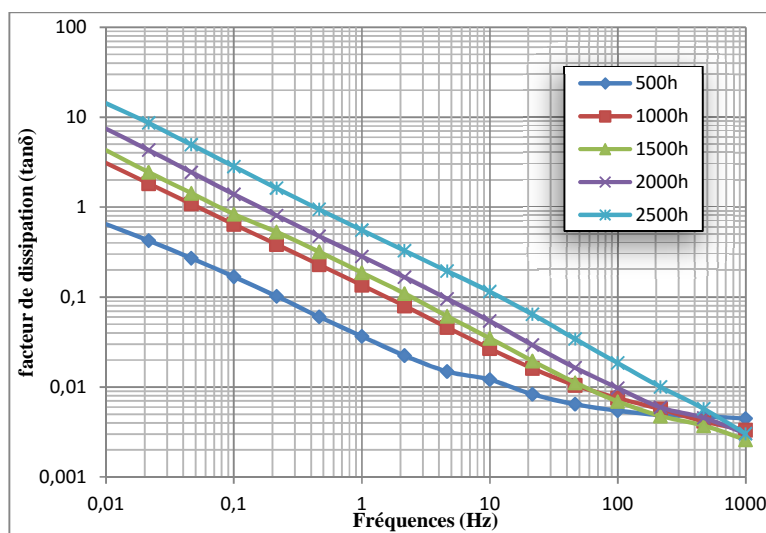
## **4.7. Résultats et discussions**

### **4.7.1. Facteur de dissipation en fonction de vieillissement**

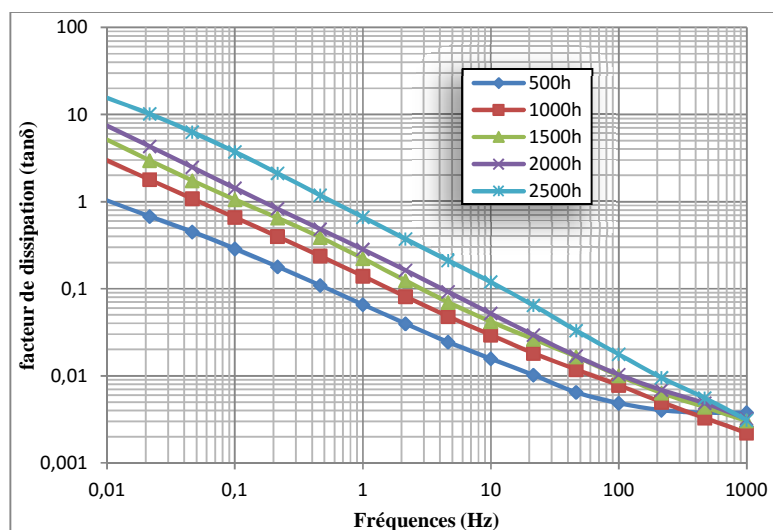
La réponse diélectrique des capteurs a été mesurée sur une gamme de fréquences entre 0,01-1000 Hz. Le facteur de dissipation a été utilisé comme paramètre diélectrique pour évaluer l'état du papier imprégné. Les variations du facteur de dissipation détectées par les capteurs en fonction de la fréquence ainsi que la durée de vieillissement sont présentées dans les Figures 4-11, 4-12 et 4-13.



**Figure 4.11 : Évolution du facteur de dissipation en fonction du vieillissement pour le capteur 1 (5mm).**



**Figure 4.12 : Évolution du facteur de dissipation en fonction du vieillissement pour le capteur 2 (2,5mm).**



**Figure 4.13 : Évolution du facteur de dissipation en fonction du vieillissement pour le capteur 3 (1mm).**

Les résultats des Figures 4.11 à 4-13 montrent qu'il est possible de mettre en évidence l'évolution du facteur de dissipation en fonction du vieillissement, et cela, à l'aide des trois capteurs.

L'évolution du facteur de dissipation en fonction du vieillissement est plus significative aux basses fréquences. Cette augmentation pourrait être causée par la présence des porteurs de charges et des ions qui contribuent à l'augmentation de la conductivité du papier imprégné.

Pour bien comprendre et interpréter les résultats obtenus, des mesures physico-chimiques sur le papier et l'huile ont été effectuées. Les mesures physico-chimiques et les résultats obtenus sont présentés dans le Tableau 4.4. L'humidité dans l'huile et dans le papier imprégné a été mesurée lors de chaque prélèvement à 100°C avec le Coulomètre Karl Fisher selon la norme ASTM D 1533. Les contaminants polaires et les produits

d'oxydations issus du vieillissement de l'huile ont été évalués grâce à la mesure de la tension interfaciale (IFT) selon la norme ASTM D 971. Le degré de polymérisation ( $DP_v$ ) du papier a été également mesuré conformément à la norme ASTM D 4243.

**Tableau 4.4 : mesures physico-chimiques sur l'huile et le papier utilisés pour les capteurs**

Temps (heures)	IFT (dynes/cm)	Humidité (huile ppm)	Humidité (papier %)	$DP_v$
00	35	--	--	1322
1000	23	20,1	0,6	645
1500	19	47,1	0,8	557,5
2000	14	47,7	0,5	520
2500	14	63,3	0,8	471

À partir des résultats du Tableau 4.4, il est possible de constater que pendant toute la durée de vieillissement, l'humidité dans le papier est restée quasiment faible. Cependant, elle augmente progressivement dans l'huile, due au phénomène de diffusion de l'humidité du papier vers l'huile à 100°C. La tension interfaciale (IFT) de l'huile diminue en fonction du vieillissement pour atteindre une valeur d'environ 14 dynes/cm vers la fin du vieillissement. Il est possible de constater également que le degré de polymérisation ( $DP_v$ ) du papier diminue progressivement à une valeur de 470. Ceci signifie qu'il y a une dégradation importante de l'huile et du papier en fonction du vieillissement. Malgré le fait que le papier soit bien collé sur les capteurs, on pense que les produits d'oxydation de l'huile absorbés par le papier affectent la réponse diélectrique des capteurs. Cette analyse permettra de conclure que l'augmentation de facteur de dissipation détectée par les capteurs est affectée par la dégradation du papier et de l'huile. Dû aux valeurs très faibles de

l'humidité mesurée dans le papier, son influence sur la réponse diélectrique peut être négligée.

Pour déterminer lequel des paramètres (entre la dégradation de l'huile et du papier) affectent significativement la réponse diélectrique des capteurs, une nouvelle expérience décrite dans la prochaine section, a été réalisée.

#### **4.7.2. Étude de l'influence des produits d'oxydation de l'huile et de la dégradation du papier sur la réponse diélectrique**

Dans cette expérience, des échantillons du papier imprégné et dégraissé ont été préparés soigneusement comme indiqué dans le Tableau 4.5. L'humidité dans ces échantillons a été maintenue à la même valeur afin d'étudier l'effet du vieillissement seul.

La réponse diélectrique des échantillons ainsi préparés a été mesurée avec IDA 200 branché sur la cellule Tettex type 2914 destinée aux échantillons solides. Le Tableau 4.5 récapitule la description des échantillons utilisés ainsi que l'humidité de chaque échantillon et son degré de polymérisation. Le dégraissage du papier a été réalisé avec de l'hexane.

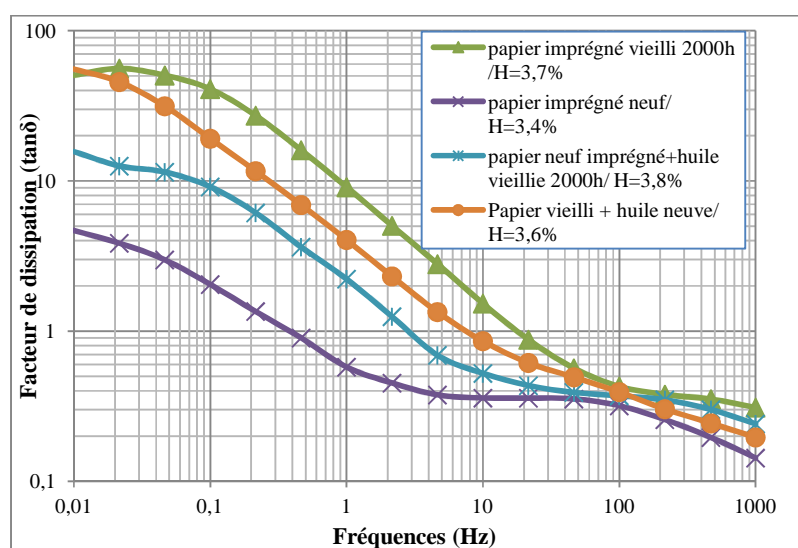
**Tableau 4.5 : Description des échantillons pour l'étude de l'effet des produits d'oxydation sur la réponse diélectrique.**

Échantillons	Humidité (%)	DPv	$\tan\delta$ (0,01 Hz) @ 100°C
Papier neuf non imprégné	4,6	1322	1,5
Papier vieilli dégraissé	3,8	519	2,04
Papier neuf imprégné dans une huile neuve	3,4	1322	4,7
Papier neuf imprégné dans une huile vieilli (2000 h)	3,8	1322	15,66
Papier imprégné vieilli à 2000 h	3,7	519	50,67

Les résultats du Tableau 4.5 démontrent que, malgré le fait que l'humidité du papier neuf non imprégné (4,6%) soit plus élevée que celle du papier vieilli dégraissé (3,8%), le facteur de dissipation de ce dernier est plus élevé. Ceci amène à penser qu'aux basses fréquences (0,01 Hz), l'effet du vieillissement sur la réponse diélectrique est plus significatif que l'effet de l'humidité. Il est également possible de constater d'après le même Tableau que le facteur de dissipation à 0,01 Hz du papier neuf imprégné dans une huile vieilli est plus grand que le facteur de dissipation du papier neuf imprégné dans une huile neuve. Par conséquent, le vieillissement de l'huile contribue aussi à l'augmentation du facteur de dissipation.

La Figure 4.14, présente une comparaison entre les différentes configurations papier/huile utilisés dans cette étude. Sur cette figure, le facteur de dissipation du papier vieilli imprégné dans une huile neuve est plus élevé que celui du papier neuf imprégné dans une huile vieilli. Celui-ci est aussi comparable à un papier imprégné et vieilli pendant 2000

heures comme il a été constaté à la Figure 4.14. Ceci signifie que l'influence de la dégradation du papier sur la réponse diélectrique aux basses fréquences est plus important par rapport à l'influence des produits d'oxydation de l'huile.



**Figure 4.14 : Effet de l'huile et du papier sur la réponse diélectrique.**

#### ➤ État des capteurs après le vieillissement

Pour vérifier si au cours du vieillissement l'état des capteurs eux même a été affecté, les modules et les arguments de l'impédance à vide des capteurs ont été mesurés avant et après le vieillissement (Tableau 4.6). Pour cela, une fois le vieillissement achevé, les capteurs ont été nettoyés avec du Méthanol et de l'eau distillée afin d'enlever les traces de l'huile. Ensuite ils ont été séchés pendant 24 heures à 70°C.

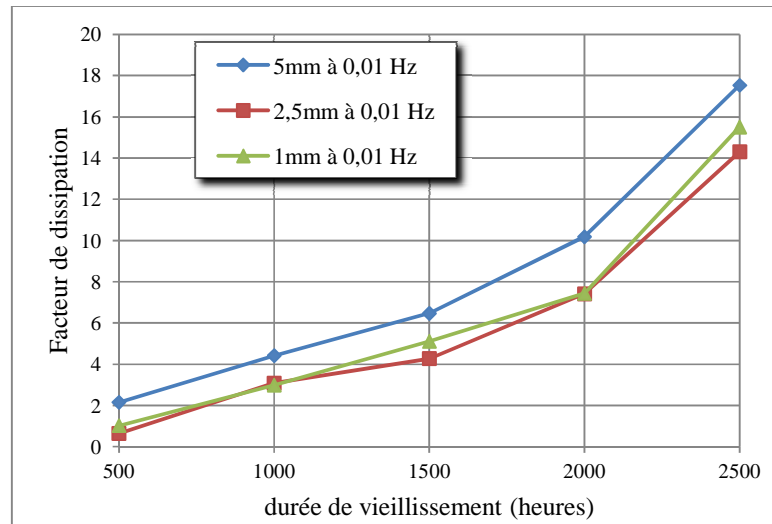
**Tableau 4.6 : Mesures de l'impédance (module et argument) des capteurs avant et après le vieillissement.**

	Capteur #1 (5 mm)		Capteur #2 (2,5 mm)		Capteur #3 (1 mm)	
	Avant	après	Avant	après	Avant	après
$ Z $ (M $\Omega$ )	14,66	14,86	17,09	18,02	18,83	19,95
$\theta$ (degré)	-90	-90	-90	-89.64	-90	-89,73

Les résultats du Tableau 4.6, montrent qu'il n'y a pas de variation majeure des impédances mesurées ce qui signifie que le vieillissement thermique n'a pas affecté les capteurs.

Les résultats de cette étude démontrent qu'il est possible d'utiliser la réponse diélectrique aux basses fréquences soit, de 0,01-10 Hz, du capteur interdigité pour surveiller et évaluer l'état du papier des transformateurs des puissances. La Figure 4.15, présente l'évolution du facteur de dissipation mesuré avec les capteurs en fonction de la durée de vieillissement à 0,01 Hz.

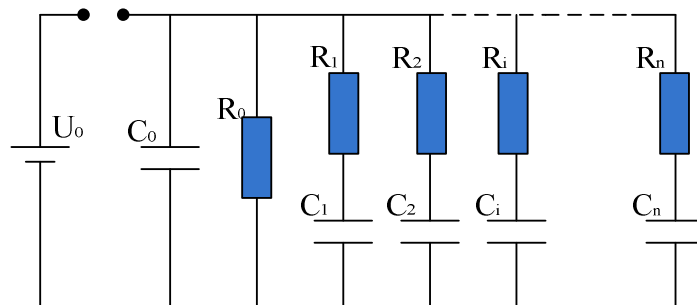




**Figure 4.15 : Évolution du facteur de dissipation en fonction de la durée de vieillissement à 0,01 Hz.**

#### **4.7.3. Circuit équivalent du système isolant et proposition d'un nouveau paramètre diélectrique**

Pour une meilleure compréhension de la réponse diélectrique du système isolant, un certain nombre de circuits équivalents ont été proposés [48, 84, 85]. De façon générale, la plupart des modèles proposés jusqu'à présent proviennent d'une approche étendue basée sur le modèle RC de Debye (Figure 4.16).



**Figure 4.16 : Circuit équivalent du système isolant huile/papier.**

Sous tension, le courant qui circule dans l'isolant se compose d'une composante de polarisation et de conduction. Le courant de conduction est modélisé par une résistance  $R_0$ , où  $C_0$  représente la capacité géométrique du système isolant. Les branches  $R_i$ - $C_i$  en parallèle sont des approximations de processus de polarisation individuelle avec une constante de temps. Ces branches peuvent être traitées indépendamment les unes des autres.

La représentation des processus de polarisation par branches R-C parallèles permet la prédiction de la réponse de l'isolation qui suit rarement le comportement idéal de Debye (c'est à dire non étendu) [85, 86].

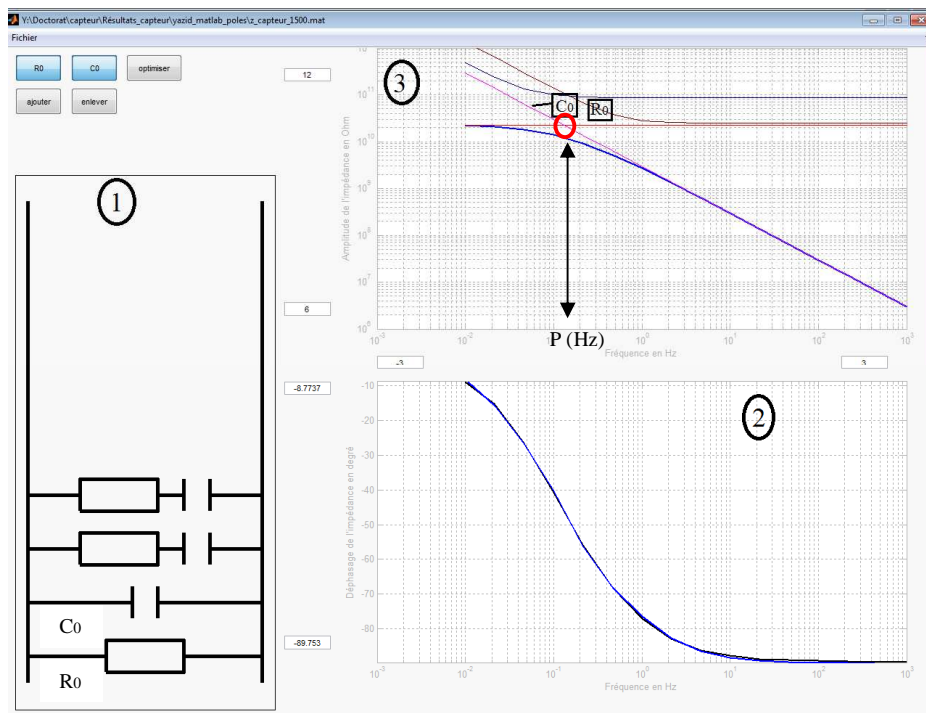
Dans ce travail, le papier imprégné des capteurs a été représenté par un circuit équivalent basé essentiellement sur le modèle RC de Debye (Figure 4.16). Cette représentation a permis de calculer un nouveau paramètre indépendant de la géométrie pour évaluer l'état du système isolant.

Pour ce faire, les impédances des réponses diélectriques mesurées par les capteurs en fonction du vieillissement sur la gamme de fréquence allant de 0,01 Hz à 1 kHz, sont

utilisées pour optimiser les paramètres du circuit équivalent ( $R_i$ - $C_i$ ). Le calcul a été effectué à l'aide d'un code d'optimisation Matlab qui utilise la fonction "fminsearch".

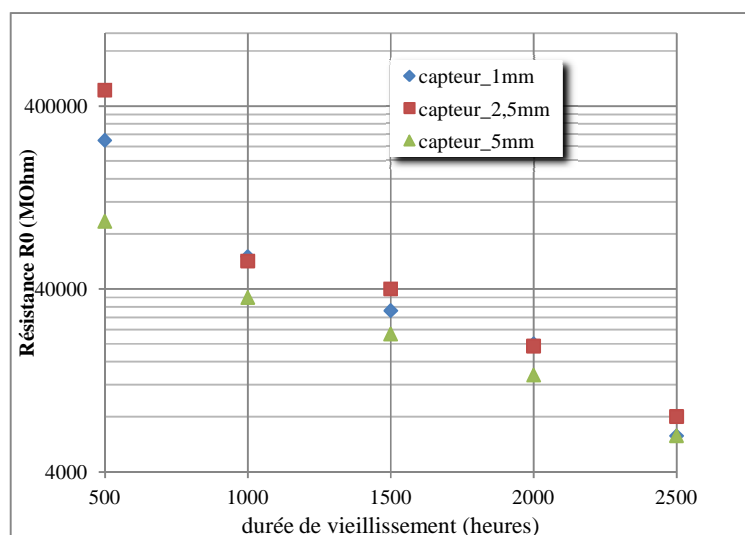
Ces paramètres ( $R$ - $C$ ) ont à leur tour permis de calculer les pôles donnés en fonction du vieillissement.

La Figure 4.17 représente l'interface du programme Matlab utilisé. Sur cette figure, trois parties sont à distinguer : la partie 1 montre les branches ajoutées pour optimiser la réponse diélectrique mesurée par les capteurs, la partie 2 représente le déphasage de l'impédance mesuré et optimisé et la partie 3 montre l'amplitude (mesurée et optimisée).

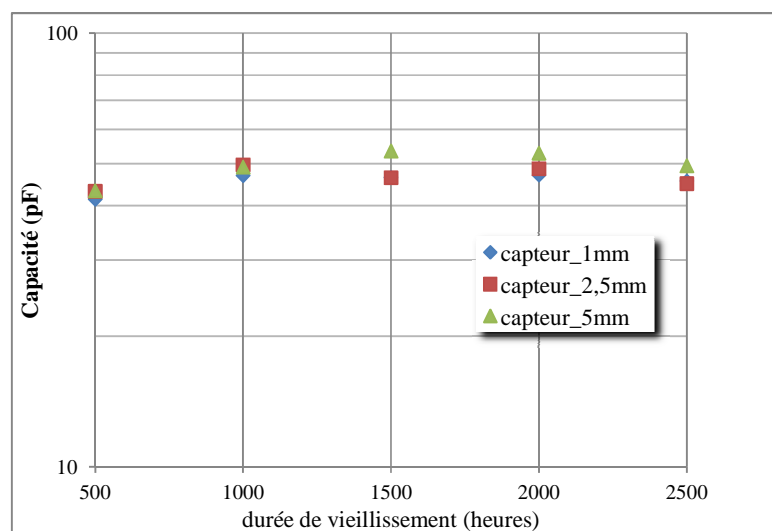


**Figure 4.17 : Interface graphique du code Matlab.**

Les valeurs prédites ( $R_0$  et  $C_0$ ) du circuit équivalent, en fonction du vieillissement sont présentées dans les Figures 4.18 et 4.19.



**Figure 4.18 : Variation de la résistance  $R_0$  en fonction du temps de vieillissement.**



**Figure 4.19 : Variation de la capacité  $C_0$  en fonction du temps de vieillissement.**

La résistance  $R_0$  fournit des informations générales sur l'état de l'isolation. Des valeurs élevées de la résistance indiquent que l'isolation est en bon état, tandis que des valeurs faibles correspondent à la dégradation de l'isolant.

La dégradation du papier imprégné d'huile au cours du vieillissement thermique en présence d'oxygène provoque la création des charges libres qui circulent dans l'isolation en diminuant la résistance ( $R_0$ ) de celle-ci (Figure 4.18). La capacité géométrique ( $C_0$ ) quant à elle ne montre pas une variation considérable en fonction du vieillissement (Figure 4.19). Ces résultats de résistance et de capacitance sont en accord avec ceux de Saha et al [84].

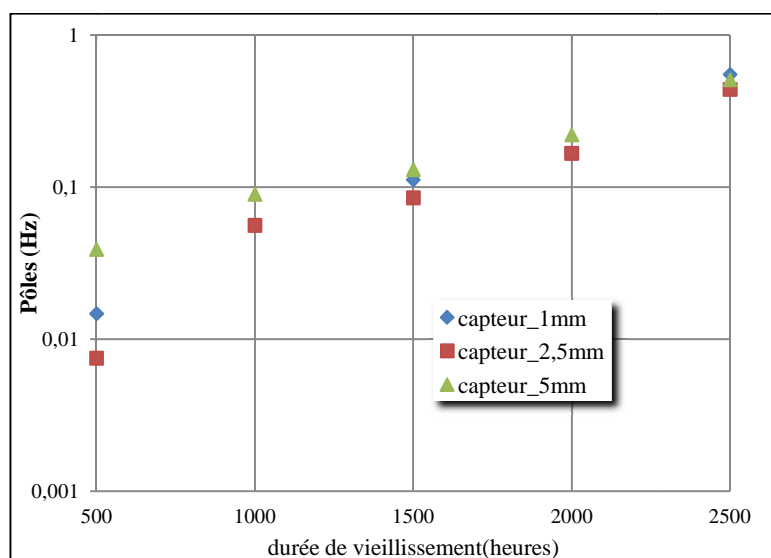
La résistance et la capacité mesurées dépendent des géométries du système isolant. Dans cette étude, trois capteurs avec différentes configurations ont été utilisés. Selon la distance entre les électrodes interdigitées, différentes épaisseurs de papier peuvent être installées sur les capteurs. Il est donc important de trouver un paramètre qui soit indépendant de la géométrie et qui reflète seulement les caractéristiques diélectriques.

D'une façon générale, compte tenu des relations théoriques de la résistance et la capacité géométrique, pour une résistance en parallèle avec une capacité, les pôles  $P$  de l'isolation peuvent être obtenus par la relation suivante :

$$\left\{ \begin{array}{l} R = \rho \frac{L}{S} \\ C = \epsilon_0 \epsilon_r \frac{S}{L} \end{array} \right\} \Rightarrow \left\{ \begin{array}{l} P = \frac{1}{RC} \\ P = \frac{1}{\rho \epsilon_0 \epsilon_r} \end{array} \right. \quad (4.11)$$

Où  $S$  et  $L$  représentent respectivement la section et la distance entre les électrodes, et  $\rho$  la résistivité.

La relation (4.11) montre que les pôles  $P$  sont indépendants de la géométrie.  $P$  dépend donc des paramètres diélectriques, à savoir, la résistivité  $\rho$ , la permittivité du vide  $\epsilon_0$  et la permittivité relative  $\epsilon_r$ . De petites valeurs de  $P$  devraient refléter une bonne isolation, tandis que les grandes valeurs de  $P$  devraient indiquer une mauvaise isolation comme cela a été constaté d'après la Figure 4.20. Sur cette figure, les pôles sont exprimés en Hz puisqu'ils ont été divisés par  $2\pi$ . Ce qui représente en effet la fréquence où la résistance et la capacité se coupent (Figure 4.17).



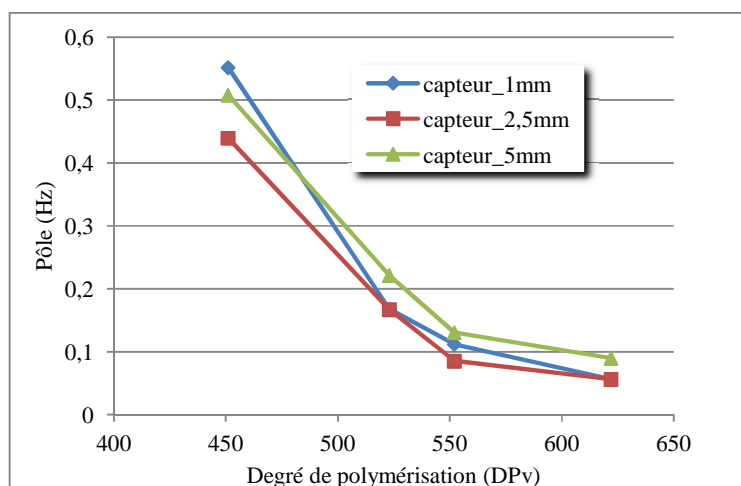
**Figure 4.20 : Évolution de pôles en fonction du vieillissement.**

Comme prévu, une augmentation des pôles en fonction du vieillissement a été détectée par les capteurs (Figure 4.20). Il est possible de constater qu'une légère différence de pôles

calculés a été détectée entre les capteurs au début du vieillissement. Cette différence est due à l'incertitude des mesures comme les valeurs de pôle sont faibles. Avec la durée du vieillissement, et l'augmentation des pôles, cette incertitude diminue. Cette augmentation est causée principalement par le vieillissement et la dégradation de l'isolation qui affecte la résistance. Dans ces investigations, le taux d'humidité dans les papiers étant très faible (Tableau 4.4), cela n'a donc pas affectée la capacité. En effet, l'état du papier isolant peut être évalué par des méthodes directes, comme la mesure de la rigidité mécanique et le degré de polymérisation ( $DP_v$ ), ou par des méthodes indirectes comme la mesure de la teneur en dérivés furaniques dans l'huile. Le  $DP_v$  est considéré comme le critère le plus sûr pour déterminer la durée de vie restante de l'isolant, sauf qu'en pratique, cette alternative n'est pas possible. Dans cette étude, le degré de polymérisation des échantillons de papier localisé à côté des capteurs a été mesuré en fonction de la durée de vieillissement comme le montre le Tableau 4.4. Il est possible de constater qu'il existe un profil de dépolymérisation du papier en fonction de la durée de vieillissement.

La Figure 4.21 montre qu'il y a une relation très intéressante entre la dépolymérisation du papier et l'augmentation des pôles. Dans cette expérience, l'humidité dans le papier était très faible pendant toute la durée du vieillissement ( $<1\%$ ). Par conséquent, l'évolution du pôle est attribuable à la dégradation du papier installé sur les capteurs. Toutefois, nous ne pouvons pas généraliser cette hypothèse, car dans le cas où la température varierait, il y aurait aussi l'influence de l'humidité sur la réponse diélectrique et donc sur les pôles

mesurés. Ces résultats ont permis de mettre en évidence la faisabilité du capteur interdigité à surveiller l'état des transformateurs de puissance en ligne.



**Figure 4.21 : Évolution des pôles en fonction de degré de polymérisation.**

#### 4.7.4. Répétabilité et reproductibilité

L'ASTM définit la répétabilité comme étant la différence entre les résultats des mesurages successifs obtenus par le même opérateur, avec le même appareil, sur un matériau d'essai identique et dans des conditions opératoires constantes. Tandis que la reproductibilité est définie comme la différence entre deux résultats indépendants obtenus par différents opérateurs dans des laboratoires différents, sur un matériau d'essai identique.

Dans cette étude, les mesures sur les capteurs ont été effectuées pendant le vieillissement, ce qui peut affecter la répétabilité des mesures. Pour cette raison, la fréquence 1kHz a été utilisée pour que les mesures soient plus rapides. La répétabilité a été



vérifiée pour deux durées de vieillissement soient 2000 et 2500 heures, trois mesures pour chaque durée ont été effectuées comme le montre le Tableau 4.7.

**Tableau 4.7 : La répétabilité des mesures du capteur interdigité.**

Durée de vieillissement	Répétabilité		
	tan $\delta$ capteur 5mm (1kHz)	tan $\delta$ capteur 2.5mm (1kHz)	tan $\delta$ capteur 1mm (1kHz)
2000 h	0,0185	0,0113	0,0125
	0,0200	0,0116	0,0127
	0,0205	0,0118	0,0129
Écart type	0,0010	0,0002	0,0001
CV (%)	5,52	2,3	1,36
2500 h	0,0202	0,0109	0,0116
	0,0219	0,0109	0,0118
	0,0218	0,0111	0,0118
Écart type	0,0009	0,0001	0,0001
CV (%)	4,5	0,91	1,47

À partir du Tableau 4.7, il est possible de constater que les écarts par rapport à la moyenne sont presque nuls et que le coefficient de variation (CV) qui représente le rapport entre l'écart type et la moyenne est très faible, et ce, pour les trois capteurs, ce qui valide la répétabilité des mesures. Les petites variations de la répétabilité sont en effet causées par l'incertitude de l'appareil de mesure IDA200.

Pour vérifier la reproductibilité des mesures, une nouvelle expérience a été réalisée et un nouveau vieillissement a été effectué. Le vieillissement a duré 1000 heures (40 jours) où la reproductibilité a été vérifiée à 500 et 1000 heures.

**Tableau 4.8 : La reproductibilité des mesures du capteur interdigité.**

Durée de vieillissement	Reproductibilité		
	tan $\delta$ capteur 5mm (0,01kHz)	tan $\delta$ capteur 2.5mm (0,01kHz)	tan $\delta$ capteur 1mm (0,01kHz)
500 h	2,26	1,96	1,96
	2,15	0,64	1,02
Écart type CV (%)	0,08	0,93	0,66
	3,62	71,3	44,58
1000 h	4,89	3,91	4,31
	4,42	3,08	3
Écart type CV (%)	0,33	0,58	0,93
	7,19	16,7	25,58

À partir du Tableau 4.8, nous constatons que le coefficient de variation (CV) pour le capteur 1 (5mm) est resté toujours inférieur à 10%, tandis que les capteurs 2 et 3 affichent un coefficient de variation un peu élevé. Cela est causé par la dégradation de l'état des capteurs 2 et 3 eux même en fonction de la durée du vieillissement comme il a été constaté dans le Tableau 4.6. Les petites variations de l'impédance des capteurs 2 et 3 influences considérablement les mesures du facteur de dissipation. Cependant, l'évolution du facteur de dissipation en fonction du vieillissement à 0,01 Hz est toujours reproductible.

#### 4.8. Conclusion

Le travail, faisant l'objet de ce chapitre, avait pour objectif de développer un capteur destiné à la surveillance en ligne de l'état de l'isolation solide des transformateurs de puissance. En se basant sur des études antérieures, le capteur choisi est de type capacitif interdigité. L'avantage sans contexte de ce type de capteur est qu'il permettra un accès privilégié au papier dans le transformateur. Un tel capteur permettrait ainsi de surveiller

dynamiquement l'état des transformateurs de puissance en mesurant sa réponse diélectrique. Cependant, ce travail est limité à l'étude de la faisabilité des capteurs interdigités pour évaluer l'état de l'isolation solide des transformateurs. Le choix de l'emplacement du capteur ainsi que la maîtrise quantitative des sources parasites pour une mesure en ligne ainsi que l'influence des champs électrostatiques et électromagnétiques devra aussi faire l'objet de recherche.

Les résultats obtenus, permettent de constater qu'aux basses fréquences, le capteur interdigité pourrait fournir des informations dynamiques sur l'état du papier imprégné des transformateurs de puissance. Le choix de la configuration du capteur, dépend de l'épaisseur du papier qui va être installé au-dessus de ce dernier.

Pour bien interpréter les résultats, le système isolant a été représenté par un circuit équivalent  $RC$ . Les paramètres du circuit ont été optimisés à partir de l'impédance de la réponse diélectrique mesurée. Ceci a permis de calculer les pôles et d'utiliser ces derniers comme un nouveau paramètre diélectrique d'indication de l'état du système isolant. Les pôles calculés se caractérisent par leur indépendance de la géométrie de l'isolation. L'utilisation du capteur interdigité pour calculer les pôles afin d'évaluer l'état de l'isolation solide semble être prometteuse. Le capteur peut fournir des informations intéressantes concernant l'état de dégradation du système isolant.

## **CHAPITRE 5**

### **ÉTUDE DE CLASSIFICATION DE LA QUALITÉ DE L'HUILE À PARTIR DE LA SPECTROPHOTOMÉTRIE UV/VIS ET DE LA TURBIDITÉ**

## **CHAPITRE 5**

### **ÉTUDE DE CLASSIFICATION DE LA QUALITÉ DE L'HUILE À PARTIR DE LA SPECTROPHOTOMÉTRIE UV/VIS ET DE LA TURBIDITÉ**

#### **5.1. Introduction**

La détection précoce de la détérioration du système d'isolation permet d'effectuer plus efficacement les opérations de maintenance correspondantes. Ce qui a pour conséquence de limiter au maximum les arrêts imprévus, provoqués par les défaillances, lesquelles peuvent entraîner d'importants préjudices. Pour cette raison, plusieurs techniques et méthodes de diagnostic ont été élaborées, dont l'objectif principal est de prolonger aussi longtemps possible la vie en service des transformateurs.

Le développement de nouvelles méthodes de diagnostic plus précises, plus efficaces et moins coûteuses est toujours d'actualité. Certaines des méthodes existantes ont été normalisées par des organismes internationaux comme l'ASTM (American Society for Testing and Materials), d'autres sont toujours en phase de recherche. Dans ce contexte, l'ASTM a développé ces dernières années, deux nouvelles méthodes fiables et non destructives pour évaluer l'état de l'huile des transformateurs de puissance. Ces deux méthodes en question sont la spectrophotométrie UV/VIS pour mesurer la quantité relative des produits de décomposition de l'huile, et la turbidité pour mesurer les contaminants non solubles dans l'huile. Bien que développées par l'ASTM, ces nouvelles

méthodes ne sont pas encore utilisées dans la pratique industrielle en raison de l'inexistence d'interprétation quantitative des résultats. Le principe de ces méthodes alternatives a été présenté au chapitre 3.

Dans le présent chapitre, une étude a été consacrée à l'évaluation de l'état de dégradation de l'huile, basée sur ces deux méthodes. Ces méthodes ont été étudiées parallèlement aux méthodes traditionnelles (tension interfaciale, acidité). Le but de ce travail est d'établir des critères qui permettront aux responsables en charge de la maintenance des transformateurs de prendre des décisions appropriées à partir des analyses effectuées avec ces méthodes (spectroscopie UV/VIS, turbidité).

## **5.2. Classification de l'état de l'huile selon les méthodes traditionnelles**

Au cours des dernières années, l'ASTM a développé une série de méthodes destinés à évaluer la qualité du système isolant des transformateurs. Pour l'évaluation du vieillissement des huiles isolantes, différents critères ont été utilisés. Les caractéristiques les plus largement répandus sont : la teneur en eau (ASTM D1533), la rigidité diélectrique (ASTM D877 et D1816), le facteur de dissipation diélectrique ou DDF (ASTM D 924), l'indice d'acide ou AN (ASTM D 974) et la tension interfaciale ou IFT (ASTM D 971) [12]. Tous ces essais fournissent des informations concernant l'état de l'huile. Cependant, il a été prouvé que l'indice d'acidité et la tension interfaciale sont les plus sensibles à l'oxydation de l'huile parce qu'ils s'adressent directement à la teneur de l'huile en acide et à la présence de boues [87, 88].

Certaines entreprises et organismes normatifs ont mis en place des lignes directrices permettant de prendre des décisions appropriées concernant l'état de l'huile isolante en service [87]. Le but est de garantir une huile en service de qualité. Ces guides sont fondés sur l'évaluation des propriétés significatives de l'huile isolante (huile minérale). Parmi ces normes, on trouve la norme IEC 60422 [89], et la norme IEEE Standard 637-1985 [90] qui apportent une certaine objectivité car elles classifient les huiles en service en groupe selon leur état en groupes. Pour chaque groupe, une action corrective spécifique est recommandée.

La norme IEEE Std 637-1985 a classifié les huiles en service selon l'évaluation des propriétés significatives en trois groupes comme suit [90] :

- Groupe 1 : pour les huiles qui sont dans un état satisfaisant pour une utilisation continue;
- Groupe 2 : huiles qui exigent seulement un retraitement pour qu'elles continuent à remplir leurs fonctions;
- Groupe 3 : huile en mauvais état. Cette huile doit être régénérée ou remplacée dépendamment des considérations économiques.

Cette norme a suggéré des limites pour qu'une huile continue à être utilisée en service (groupe 1). Le Tableau 5.1 résume les limites suggérées des huiles en service pour le groupe en fonction de la tension maximale.

**Tableau 5.1 : Limites proposées pour les huiles en service du groupe 1 en fonction de la tension.**

Propriétés	Limites			Méthode ASTM
	Moins que 69 kV	Plus de 69 kV jusqu'à 288 kV	345 kV et plus	
Tension de claquage diélectrique 60 Hz, 0.100 gap (kV), min	26	26	26	D 877
Tension de claquage diélectrique, 0,040 gap, (kV), min	23	26	26	D1816
Nombre d'acide max, (mg KOH/g)	0,2	0,2	0,1	D 974
Tension interfaciale, min, (mN/m)	24	26	30	D 971
Teneur en eau max, (ppm)	35	25	20	D 1533

Si les propriétés de l'huile atteignent ces limites, elle peut à ce moment-la, soit continuer à servir mais pour un niveau de tension moins élevé sur le même appareil, sinon elle peut être classée dans le groupe 2 ou le groupe 3. Pour ces deux derniers groupes, cette norme ne mentionne que deux propriétés physico-chimiques qui sont l'acidité et la tension interfaciale (Tableau 5.2).

**Tableau 5.2 : Limites suggérées pour le reconditionnement ou la régénération de l'huile.**

Propriétés	Groupe 2	Groupe 3	Méthode ASTM
Nombre d'acide max, (mg KOH/g)	0,2	0,5	D 974
Tension interfaciale, min, (mN/m)	24	16	D 971

La norme IEC 60422 [89], pour sa part, indique qu'en fonction de la tension maximale d'un transformateur, les huiles en service peuvent être classées comme satisfaisantes,



correctes ou mauvaises. Pour chacune de ces classes, une action corrective correspondante peut être prise.

Cependant, il ne faut pas prendre un seul résultat et une seule propriété comme paramètre décisionnel. Il convient donc de prendre en considération tous les essais physico-chimiques et diélectriques avant d'entreprendre une quelconque action.

En effet les actions réparatrices sont effectuées selon le type de la contamination/détérioration de l'huile. Les deux types de contamination/ détérioration qui sont considérés sont : physiques et chimiques comme indiqués dans le Tableau 5.3.

**Tableau 5.3 : Mesures correctives selon le type de la contrainte [89].**

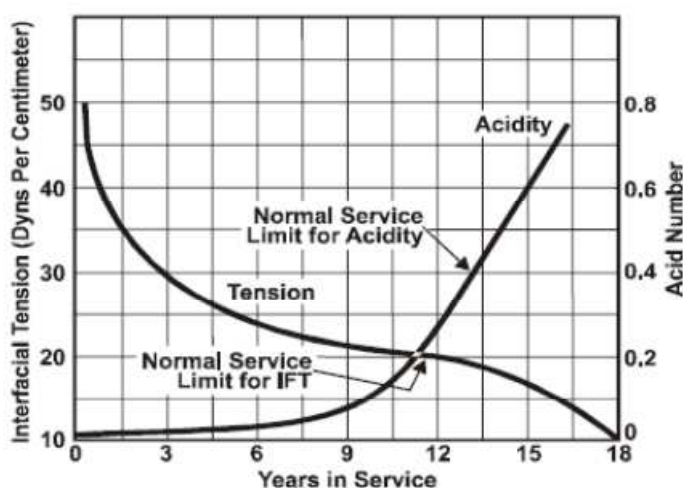
Raison de changement d'huile	symptômes	Mesures correctrices
Mesures physiques	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Teneur en eau</li> <li>- Tension de claquage faible</li> <li>- Teneur en particules élevée</li> </ul>	Retraitement
Mesures chimiques	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Valeur de couleur élevée</li> <li>- Tension interfaciale faible</li> <li>- Valeur d'acidité élevée</li> <li>- Valeur de facteur de dissipation élevée</li> <li>- Présence de sédiments ou de dépôts, ou les deux</li> </ul>	Régénération ou changement d'huile

Le retraitement désigne le processus qui élimine ou réduit la contamination de l'huile au moyen de processus physiques (filtration, déshumidification, dégazéification). Tandis que la régénération consiste en un procédé qui permet d'éliminer ou réduire les agents

contaminants polaires solubles et insolubles par des moyens chimiques d'adsorption et par des moyens physiques [89].

➤ *Classification en fonction de la tension interfaciale, l'acidité et la couleur*

Il est reconnu qu'il existe une relation définitive entre la tension interfaciale et l'acidité [35, 36, 87, 88]. Une augmentation du nombre d'acidité (AN) est souvent accompagnée d'une diminution de la valeur de la tension interfaciale (IFT) comme le montre la Figure 5.1.



**Figure 5.1 : Limites de l'IFT et l'acidité pour une huile en service selon le rapport FIST 3-31 [35].**

D'un autre côté, entre les années 1946 et 1957, l'ASTM a fait une étude sur 500 transformateurs en service pour trouver une relation entre l'IFT, l'AN et la formation des boues. L'huile de chaque unité a été évaluée et inspectée pour la présence de boues périodiquement [87].

Combinant la relation entre la tension interfaciale et l'acidité avec les résultats de l'étude effectuée par l'ASTM, S.D. Myers, et al [87] ont classifié l'état de l'huile en sept groupes (Tableau 5.4) [87]. En plus de la tension interfaciale, l'acidité et la couleur, les auteurs ont utilisé le rapport entre la tension interfaciale et l'acidité comme quatrième indice de la qualité de l'huile, connu sous le nom d'indice de qualité de l'huile noté OQIN (Oil Quality Index Number) ou, indice de Myers. La raison pour laquelle ce rapport a été utilisé, réside dans le fait qu'il arrive parfois que la tension interfaciale varie sans que l'acidité ne change. Ceci est dû aux contaminants autres que les produits d'oxydation de l'huile. Cependant, dans le Tableau 5.4, un chevauchement de l'OQIN dans les trois premiers groupes peut être observé. Donc, pour qu'une huile soit classée dans un groupe spécifique, en plus d'être dans la gamme donnée par l'OQIN, elle doit répondre aux critères du minimum de la tension interfaciale (IFT) et le maximum de l'acidité (AN). Par exemple, une huile avec un OQIN de 318 serait classée dans le groupe 3 au lieu du groupe 2 ou 1, si l'IFT vaut 27 au moins et l'acidité (AN) atteint 0,11 ou plus.

**Tableau 5.4 : Classification de la qualité de l'huile des transformateurs selon les méthodes traditionnelles [87].**

<b>1</b>	<b>Huile neuve en très bonne condition</b>	
	Acidité (AN)	0.00 -0.049
	Tension Interfaciale (IFT)	30.0 -45.0
	Couleur	<b>Jaune pâle</b>
	Indice de Qualité de l'huile (OQIN) = (IFT/AN)	300-1500
<b>2</b>	<b>Bonne Huile : Diminution de l'IFT à 27 peut signifier le commencement de la création des boues dans l'huile.</b>	
	Acidité (AN)	0.05 -0.10
	Tension Interfaciale (IFT)	27.1 -29.9
	Couleur	<b>Jaune</b>
	Indice de Qualité de l'huile (OQIN) = (IFT/AN)	271 -600
<b>3</b>	<b>Huile moyenne : N'offre pas de bon refroidissement. les acides commencent à se produire et les boues remplissent les cavités du papier.</b>	
	Acidité (AN)	0.11 -0.15
	Tension Interfaciale (IFT)	24.0 -27.0
	Couleur	<b>Jaune vif</b>
	Indice de Qualité de l'huile (OQIN) = (IFT/AN)	160 -318
<b>4</b>	<b>Mauvaise huile : Endommagement de l'isolation et efficacité de refroidissement réduite.</b>	
	Acidité (AN)	0.16 -0.40
	Tension Interfaciale (IFT)	18.0 -23.9
	Couleur	<b>Ambre</b>
	Indice de Qualité de l'huile (OQIN) = (IFT/AN)	45 -159
<b>5</b>	<b>Très mauvaise huile : Endommagement de l'isolation et l'efficacité de refroidissement réduite avec températures de fonctionnement élevée.</b>	
	Acidité (AN)	0.41 -0.65
	Tension Interfaciale (IFT)	14.0 -17.9
	Couleur	<b>Marron</b>
	Indice de Qualité de l'huile (OQIN) = (IFT/AN)	22 -44
<b>6</b>	<b>Huile extrêmement mauvaise : Identique à la catégorie 5</b>	
	Acidité (AN)	0.66 -1.50
	Tension Interfaciale (IFT)	9.0 -13.9
	Couleur	<b>Marron foncé</b>
	Indice de Qualité de l'huile (OQIN) = (IFT/AN)	6 -21
<b>7</b>	<b>Huiles dans un état désastreux</b>	
	Acidité (AN)	1,51 ou plus

Les quatre fonctions de l'huile isolante sont d'assurer le refroidissement, l'isolation, la protection contre les attaques chimiques et la prévention de l'accumulation de boues [36]. Le premier groupe du Tableau 5.4 présente des huiles en bon état qui répondent aux quatre fonctions de l'huile isolante. Toutes les fonctions sont encore maintenues, dans la classe du groupe 2; néanmoins une baisse de l'IFT à 27 pourrait signaler le début de l'initiation des boues. À cette valeur, l'huile est moins bonne et donc l'entretien est recommandé.

Les huiles classées dans le groupe 3 ne fournissent pas de bons refroidissements. Les acides commencent à recouvrir l'isolation des bobines entraînant une grande probabilité que les boues remplissent les cavités de l'isolation solide.

Les trois classes suivantes caractérisent les mauvaises huiles et nécessitent des maintenances correctives. Dans ces classes, les boues sont déjà déposées dans et sur la plupart des parties du transformateur.

Enfin, la dernière classe représente le cas le plus critique. À ce stade, la préoccupation sera de déterminer la durée de vie restante du transformateur et non seulement son l'état de l'huile [36, 87].

Le changement de la couleur de l'huile du jaune au ambre ou marron est un signe de la dégradation de l'huile. Dans le cas où la tension interfaciale et l'acidité varient sans que la couleur de l'huile ne se modifie pourrait signifier une contamination plutôt que de l'oxydation. Également, une mauvaise couleur accompagnée de bonnes valeurs de tension

interfaciale (IFT) et d'acidité (AN) pourrait être causée par une surchauffe ou un arc électrique [87].

Les méthodes alternatives proposées dans cette étude (spectrophotométrie UV/VIS, et turbidité) ont été corrélées avec les méthodes traditionnelles présentées dans le Tableau 5.4. Cette comparaison a été fondée sur le fait que ces techniques détectent les mêmes propriétés physico-chimiques de l'huile. Par exemple, les produits de décomposition dissous dans l'huile sont responsables du changement de la couleur ainsi que la diminution de la tension interfaciale et par conséquent l'augmentation de l'acidité. Ces produits, selon la norme ASTM D 6802, peuvent être détectés par la spectrophotométrie UV/VIS, tel que présenté dans la section 3.3.1 du chapitre 3. L'abréviation DDP pour *Dissolved Decay Products* est utilisée pour indiquer la quantité relative des produits dissous mesuré avec la spectrophotométrie UV/VIS.

### **5.3. Partie expérimentale**

#### **5.3.1. Matériaux utilisés**

Dans cette expérience un papier isolant de type Kraft a été utilisé. Pour l'isolation liquide, l'huile minérale nommée Nytro Lynx de la compagnie NYNAS a été utilisée. Les caractéristiques typiques de l'huile sont données dans le Tableau 5.5. Le matériel utilisé pour mesurer la tension interfaciale, l'acidité, la couleur, ainsi que les produits de décomposition dissous et la turbidité a été présenté au chapitre 3.

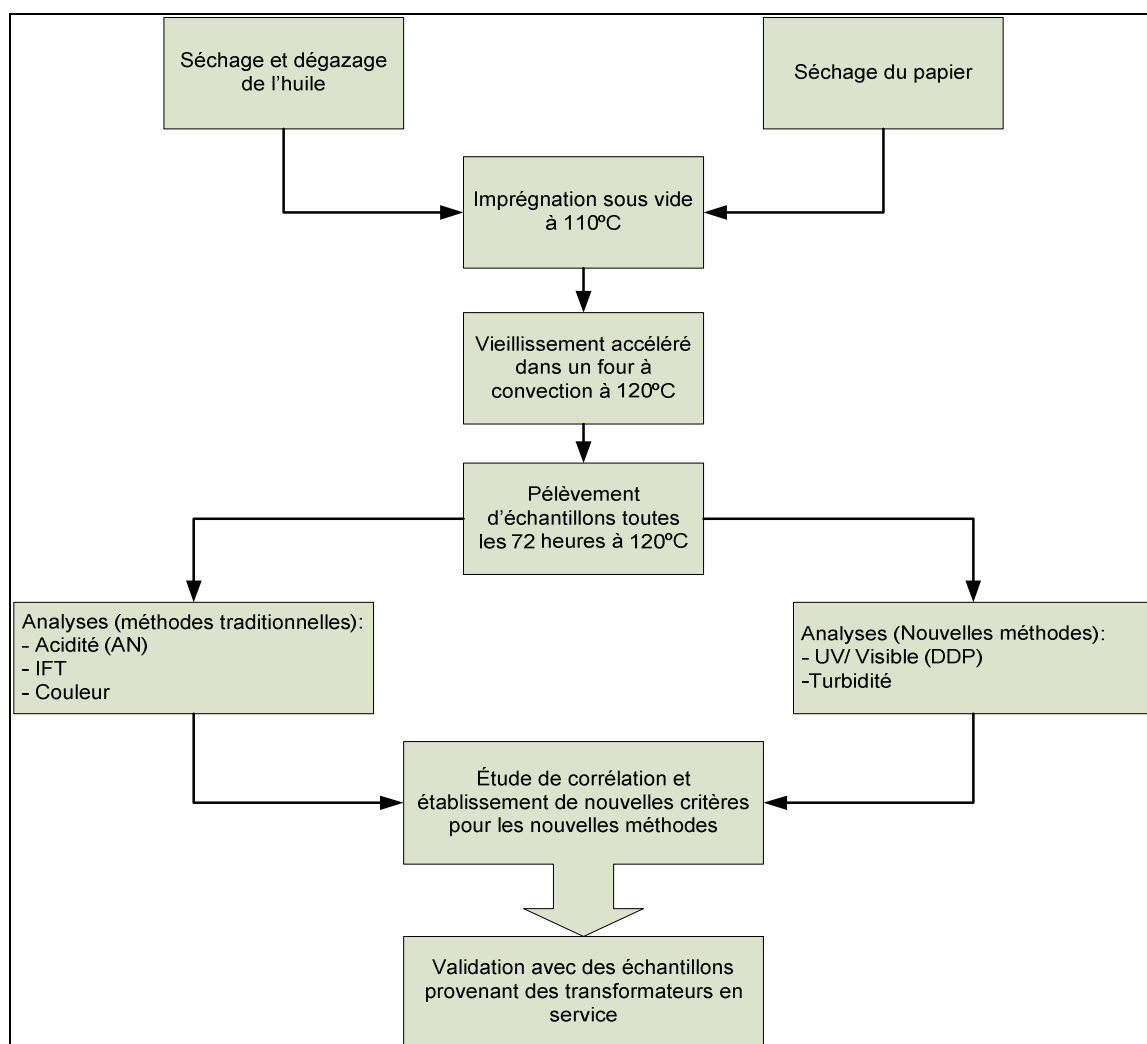
**Tableau 5.5 : Propriétés typiques de l'huile minérale utilisée dans les expériences.**

Propriété	Valeur
Densité à 15°C (kg/dm <sup>3</sup> )	0,885
Viscosité 40°C (mm <sup>2</sup> /s)	7,5
Point d'éclair (°C)	150
Point d'écoulement (°C)	-63
Acidité (mg KOH/g)	< 0,01
Tension interfaciale à 25°C (mN /m)	48
Antioxydant, phénol Wt %	0,3
Facteur de dissipation à 100°C (%)	< 0,1
Tension de claquage (kV) ASTMD877	> 40

### 5.3.2. Procédure de vieillissement thermique accéléré

Les expériences réalisées dans cette section ont eu pour but d'évaluer et de classer la qualité de l'huile selon de nouvelles techniques de diagnostic. Afin de simuler le vieillissement de l'isolation dans les transformateurs de puissance, la procédure de préparation et de vieillissement accéléré ont été effectuées dans des conditions similaires à celles des transformateurs réels. Avant de commencer le processus de vieillissement, le papier et l'huile ont préalablement été séchés et l'huile dégazée. L'huile minérale est séchée dans une cuve contenant du gel de silice hermétiquement fermée. Le dégazage de l'huile s'effectue avec une pompe à vide installée sur la cuve pendant 24 heures. Le papier a été séché sous vide dans un four à 110°C pendant 48 heures. Les échantillons de papier ainsi préparés sous vide ont immédiatement été imprégnés d'huile. Le vieillissement a été effectué dans un récipient en acier inoxydable fermé avec un couvercle. Un ratio de poids huile/ papier d'environ 20:1 qui représente le ratio d'un transformateur typique a été utilisé [53]. Pour accélérer la dégradation, un catalyseur de cuivre a été immergé dans le récipient de vieillissement comme le suggère la norme ASTM D1934 [91]. Le vieillissement a duré

782 heures à une température de 120°C. Un prélèvement d'échantillons a été effectué toutes les 72 heures (trois jours). Les échantillons ainsi prélevés ont été évalués avec les méthodes traditionnelles (IFT, acidité) et les nouvelles méthodes (DDP, turbidité). Les résultats obtenus représentent la moyenne de trois mesures par méthode. L'organigramme de la Figure 5.2 résume la procédure de préparation, de vieillissement et les essais effectués.



**Figure 5.2 : Organigramme de l'expérience utilisé pour l'étude de classification.**



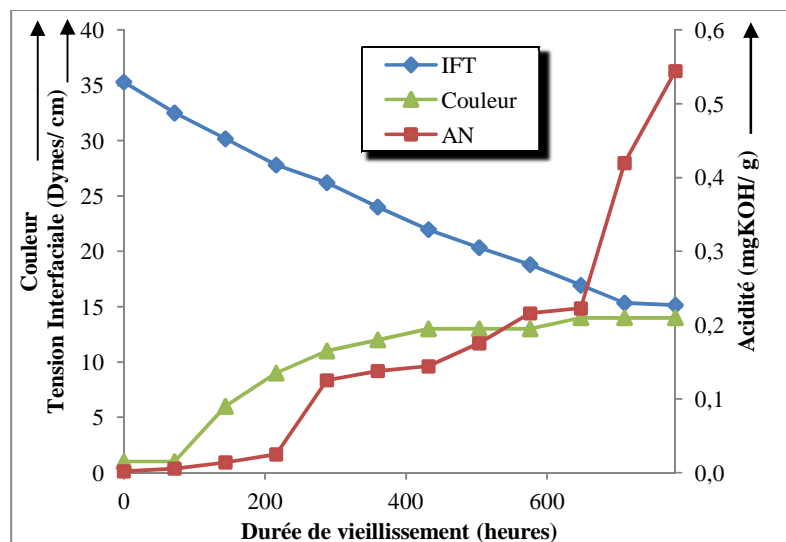
#### 5.4. Résultats et discussions

Les échantillons d'huiles vieilles selon la procédure présentée dans la section précédente ont été analysés par les méthodes traditionnelles, tension interfaciale (IFT), Acidité (AN) et la couleur ainsi qu'avec les nouvelles méthodes proposées dans cette étude, DDP<sup>1</sup> et la Turbidité (TUR). Il est connu que l'oxydation affecte les propriétés physico-chimiques de l'huile isolante.

Les résultats d'analyses des échantillons d'huile avec les techniques traditionnelles en fonction de la durée de vieillissement sont présentés à la Figure 5.3. Comme prévu, une diminution de la tension interfaciale (IFT) peut être constatée avec une augmentation de l'acidité (AN) et de la couleur.

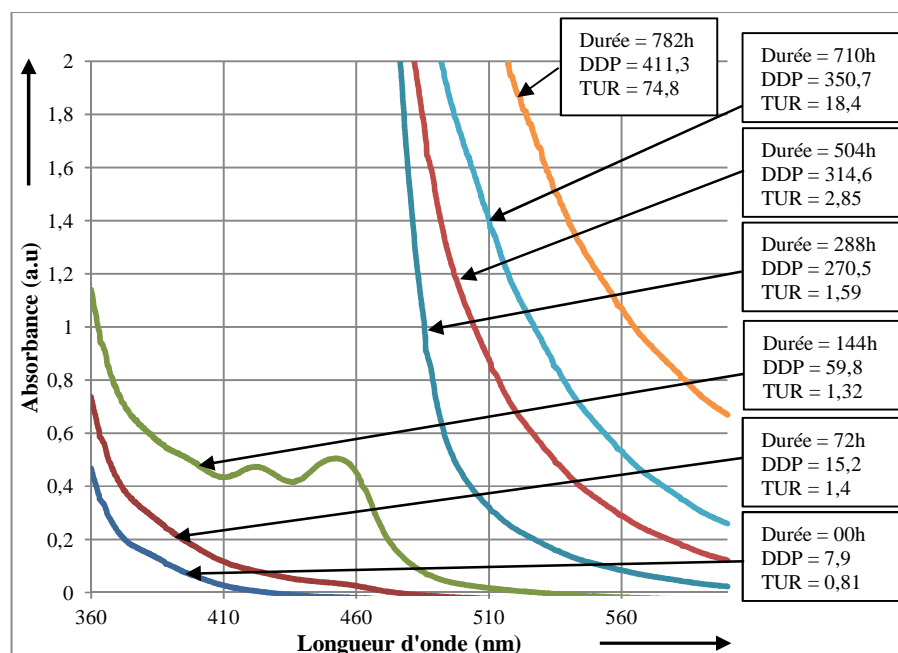
---

<sup>1</sup> DDP (Dissolved Decay Product) : C'est l'analyse des produits dissous avec la spectrophotométrie UV/Visibles.



**Figure 5.3 : Évaluation de l'état de l'huile avec les méthodes traditionnelles en fonction du vieillissement**

La Figure 5.4 présente les spectres d'absorbance des échantillons d'huiles dans le domaine UV/ VIS. Le DDP calculé par l'aire sous la courbe de chaque spectre, la turbidité et la durée de vieillissement correspondante sont présentés sur la même Figure. Comme pour les méthodes traditionnelles, il est possible de constater une augmentation des produits de décomposition dissous (DDP) en fonction du vieillissement. Cette augmentation est accompagnée par une augmentation de la turbidité (TUR) qui s'accélère en fonction de la dégradation de l'huile.



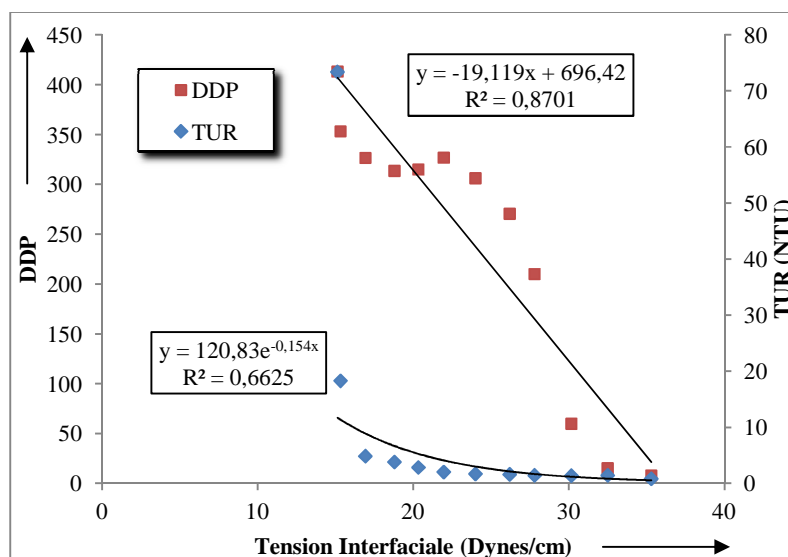
**Figure 5.4 : Effet de vieillissement sur les spectres d'absorbance UV/ VIS et la turbidité.**

Pour donner une signification aux résultats obtenus à partir des nouvelles méthodes et ainsi proposer une classification de la qualité de l'huile, ces dernières ont été corrélées aux méthodes traditionnelles. La corrélation a donc permis d'établir des relations mathématiques reliant les différentes méthodes de diagnostic. Cela donc permis d'établir des limites ou des lignes directrices pour la spectrophotométrie UV/ VIS et la turbidité ont été estimées en utilisant le Tableau 5.4.

#### **5.4.1. Relation entre la tension interfaciale (IFT) et les nouvelles méthodes**

La Figure 5.5, présente les résultats de corrélation et de régression de la tension interfaciale en fonction de la quantité de produits de composition dissous (DDP) et de la

turbidité. Sur cette Figure, le DDP présente une relation linéaire en fonction de la tension interfaciale, tandis que la relation entre la turbidité et la tension interfaciale est exponentielle. Les deux corrélations donnent un faible coefficient de régression qui est de 0,87 pour le DDP et de 0,66 pour la turbidité. Au début du vieillissement, une augmentation très rapide du DDP peut être observée. Il est possible de remarquer aussi qu'à un moment donné, les produits dissous diminuent légèrement pour ensuite poursuivent leur évolution. Ce phénomène peut être expliqué par le fait qu'au début du vieillissement, l'huile se décompose rapidement à cause de l'effet thermique et de l'oxydation. Au fur et à mesure de la formation des produits dissous, le papier en absorbe une certaine quantité. À un stade élevé de dégradation du système isolant (huile/ papier), le papier se comporte comme un filtre, et devient plus susceptible à absorber les produits dissous. En conséquence, la quantité absorbée est plus considérable que la quantité formée. À un seuil donné, le papier n'absorbe plus ces produits à cause de sa saturation, ce qui explique l'augmentation de ces produits dans l'huile. En effet, dans cette expérience, ce seuil représente aussi la limite de la diminution de la tension interfaciale en fonction du vieillissement. Par conséquent, les points qui apparaissent après cette limite ne sont pas bien corrélés. La même remarque peut être faite pour la turbidité. Une augmentation considérable de la turbidité vers la fin du vieillissement qui correspond à la limite de la tension interfaciale peut être constatée.

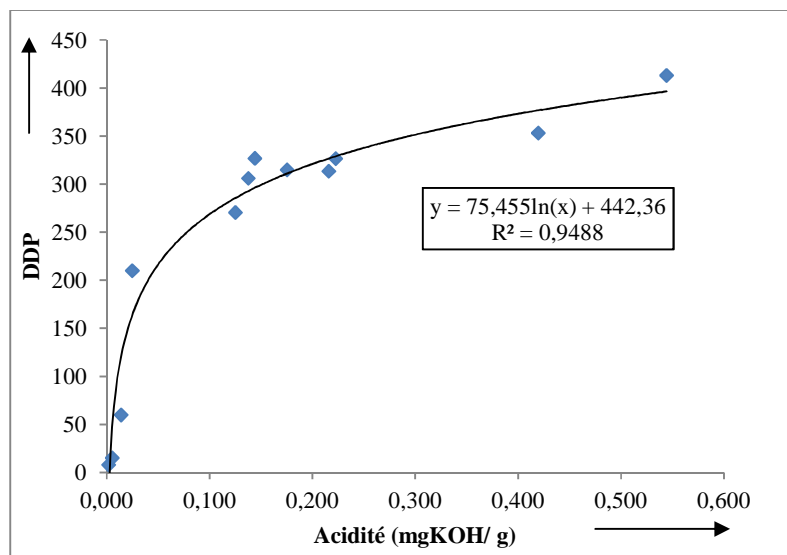


**Figure 5.5 : Corrélation entre le DDP et la turbidité en fonction de la tension interfaciale**

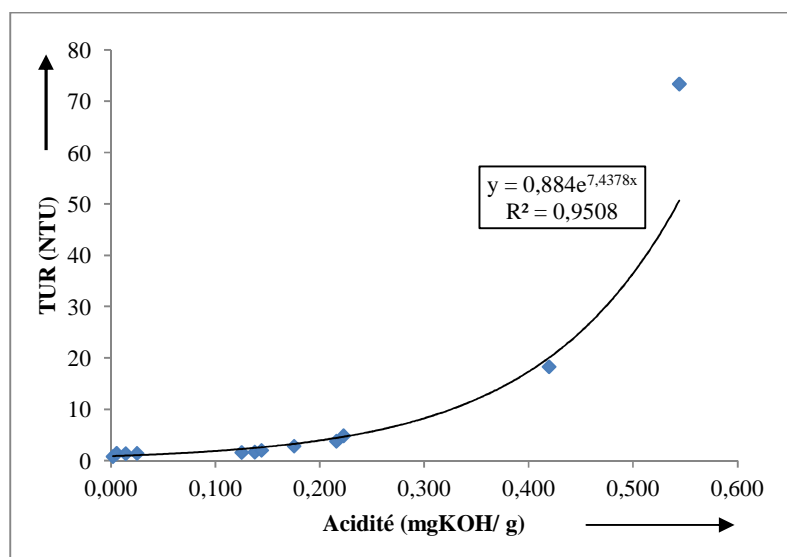
#### 5.4.2. Relation entre l'acidité (AN) et les nouvelles méthodes

Les huiles s'oxydent en donnant des produits de dégradation qui se caractérisent d'abord par des changements de couleur liés à la formation de composés acides, puis par l'apparition de dépôts et de résidus agressifs [60]. L'acidité peut fournir une meilleure corrélation en fonction du DDP et de la turbidité car elle augmente toujours en fonction du vieillissement. Les corrélations et les régressions de l'acidité en fonction du DDP et de la turbidité sont présentées aux Figures 5.6, et 5.7 respectivement. Bien qu'une relation logarithmique ait été trouvée entre l'acidité (AN) et le DDP, la turbidité donne une relation exponentielle avec l'acidité (AN). En effet, en premier lieu, l'oxygène attaque les chaînes hydrocarbures pour former des produits solubles qui incluent les peroxydes, les acides, les alcools et les cétones [88]. Ceci explique l'augmentation rapide du DDP observé sur la

Figure 5.6. À partir d'une valeur d'acidité d'environ 0,2 mg KOH/ g, cette augmentation diminue progressivement. Les produits solubles se dissocient pour former des radicaux libres [92]. Cependant, un radical libre peut aussi se combiner avec un autre radical similaire en composant une molécule d'hydrocarbure deux fois plus grande que la moyenne. La collision de deux grands radicaux libres conduit à la formation de grands composés colloïdaux appelés boues (phase solide) qui ne sont plus solubles dans l'huile [59, 93]. Ce phénomène est clairement visible sur la Figure 5.7. Il est possible de remarquer sur cette Figure, qu'à partir d'une valeur d'acidité d'environ 0,2 mg KOH/g, l'augmentation de la turbidité devient plus importante. Ceci peut expliquer la réduction de la vitesse d'augmentation du DDP en fonction de l'acidité à partir de 0,2 mgKOH/ g. Selon I.A.R. Gray de la compagnie «Transformer Chemistry Services» (TCS), une huile avec une valeur d'acidité entre 0,2-0,6 mg KOH/g a une probabilité de 72 % de contenir des boues [94].



**Figure 5.6 : Corrélation entre les produits de décomposition dissous (DDP) et l'acidité.**



**Figure 5.7 : Corrélation entre la turbidité et l'acidité.**

Ces courbes montrent l'importance de la spectrophotométrie UV/ Vis et de la turbidité en terme de détection précoce de la dégradation de l'huile, à savoir la formation des

produits de décomposition dissous et non dissous dès leur initiation. Les corrélations et les régressions ainsi présentées peuvent être utilisées pour établir des critères de classification de la qualité de l'huile minérale à partir des nouvelles méthodes proposées.

#### **5.4.3. Classification de l'huile en fonction de DDP et de la turbidité**

Les relations mathématiques obtenues à partir des courbes de régressions de l'acidité en fonction de DDP (UV/VIS) et de la turbidité sont données comme suit :

$$DDP = 75,46 \ln(AN) + 442,36 \quad (5.1)$$

$$TUR = 0,88e^{7,44 \cdot (AN)} \quad (5.2)$$

À partir des classifications données dans le Tableau 5.4 et des équations (5.1) et (5.2) une nouvelle classification de la qualité de l'huile des transformateurs basée sur la spectrophotométrie (DDP) et la turbidité a été établie. Les résultats sont donnés dans le Tableau 5.6.



**Tableau 5.6 : Classification de la qualité de l'huile minérale selon les nouvelles techniques proposées (DDP, TUR).**

<b>Classification de l'huile</b>	<b>DDP</b>	<b>TURBIDITÉ</b>
<b>1. Huile neuve</b>	4,03 - 216	0,9 - 1,28
<b>2. Bonne huile</b>	217 - 267	1,29 - 1,85
<b>3. Huile moyenne</b>	268 - 299	1,86 - 2,69
<b>4. Mauvaise huile</b>	300 - 373	2,7 - 17
<b>5. très mauvaise huile</b>	374 - 409	18 - 111
<b>6. Huile extrêmement mauvaise</b>	410 - 473	> 112
<b>7. Huiles dans un état désastreux</b>	> 473	--

L'augmentation de l'acidité et la diminution de la tension interfaciale suivies par une couleur d'huile plus sombre indique une contamination ou détérioration de l'huile. La couleur est souvent utilisée comme une méthode qualitative. La technique est basée sur la comparaison de la couleur de l'huile à un disque étalon coloré et numéroté (Figure 5.8). Cette méthode peut fournir une information générale sur l'état de l'huile. Cependant cette technique est influencée par l'incertitude car il y a souvent des nuances de choix entre les couleurs lors de la comparaison.

Les absorptions de la lumière dans le domaine UV/ VIS sont en effet fortement liées au changement de la couleur de l'huile. La corrélation de la couleur avec le DDP peut être exploitée comme référence pour confirmer les critères de classification de DDP présentés dans le Tableau 5.6. Les disques de comparateur de couleur disponibles au laboratoire sont conformes à la norme ASTM D1544 (Figure 5.8). Ces disques numérotés de 1 à 18 ont été

utilisés pour donner des valeurs indicatives correspondantes à chaque couleur mentionnée dans le Tableau 5.4. Par conséquent, la classification de l'huile en fonction de la couleur selon l'échelle de couleurs de la norme ASTM D1544 est présentée dans le Tableau 5.7.



**Figure 5.8 : Disques étalon colorés et numérotés selon la norme ASTM D1544.**

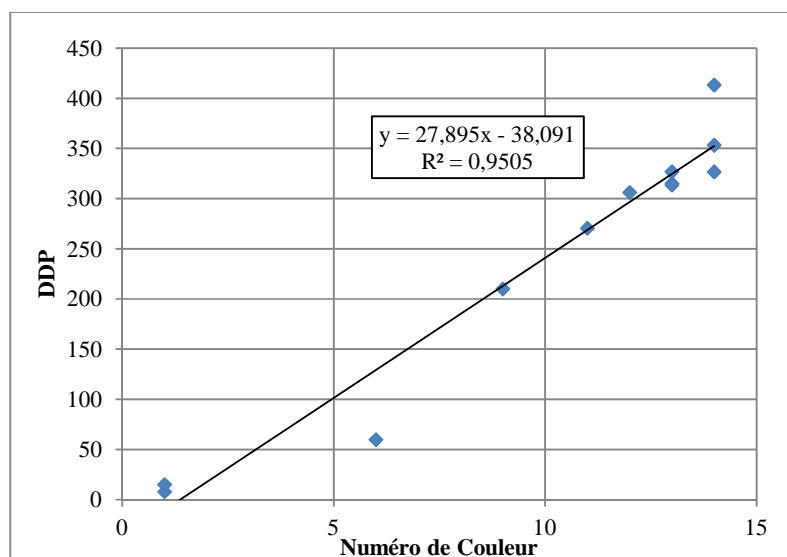
**Tableau 5.7 : État de l'huile minérale basé sur la comparaison de la couleur selon la norme ASTM D1544.**

Numéro du comparateur de couleur	Couleur	État de l'huile
< 7	Jaune pâle	Huile neuve
7 - 10	Jaune	Bonne Huile
10 - 11	Jaune vif	Huile moyenne
11 - 14	Ambre	Mauvaise huile
14 - 15	Marron	Très mauvaise huile
16 - 18	Marron foncé	Extrêmement mauvaise
> 18	Noir	Huiles dans un état désastreux

La Figure 5.9, présente les résultats de la corrélation et de la régression entre la couleur et le DDP. On constate une très bonne corrélation linéaire avec un coefficient de corrélation de 0,95. La relation qui relie la couleur et le DDP peut être exprimée comme suit :

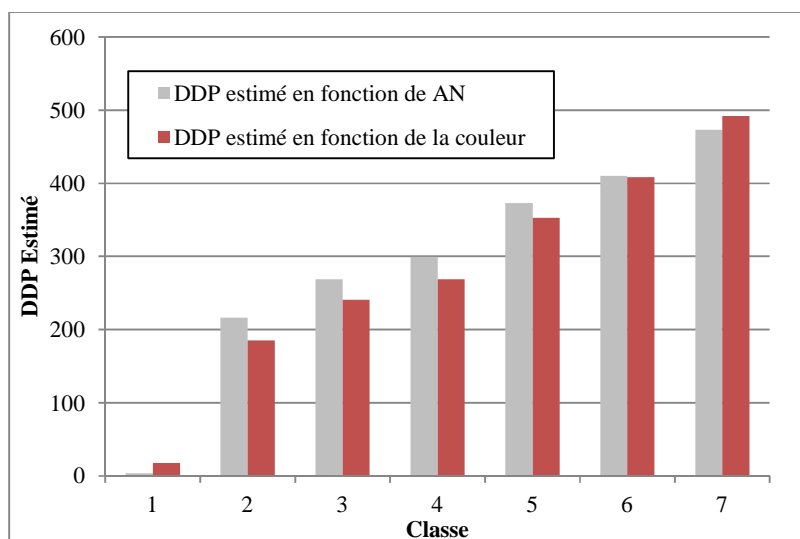
$$DDP = 27,9 \cdot (NC) - 38,09 \quad (5.3)$$

Où  $NC$  est le numéro de la couleur.



**Figure 5.9 : Corrélation entre les produits de décomposition dissous (DDP) et la couleur.**

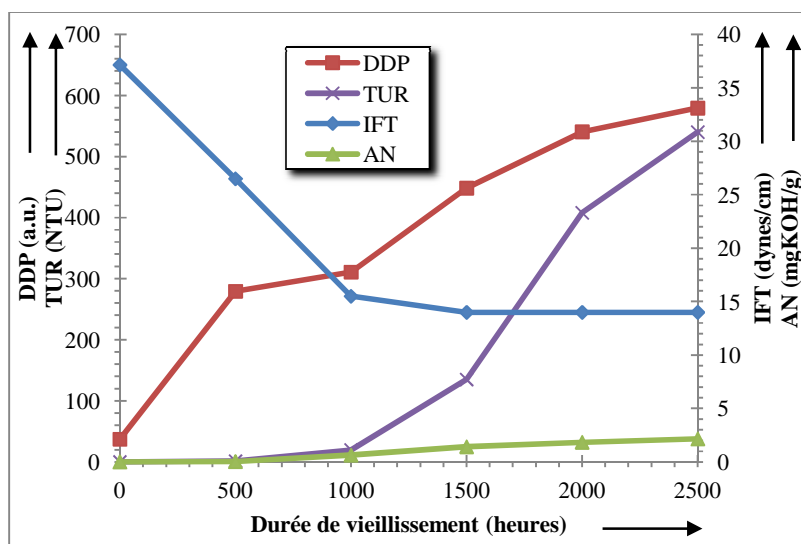
La Figure 5.10 présente une comparaison entre les critères de classification selon le DDP, obtenus à partir de la régression en fonction de l'acidité et la couleur. À partir de cette Figure, une faible différence entre les deux critères dont la moyenne des écart-types est d'environ 14,6 peut être constatée.



**Figure 5.10 : Comparaison des critères de classification selon le DDP obtenu de l'acidité et de la couleur.**

#### **5.4.4 Validation des nouveaux critères de classification avec des huiles vieilles au laboratoire**

Afin de vérifier l'applicabilité du Tableau 5.6, des mesures additionnelles ont été réalisées. Pour ce faire, des échantillons d'huile ont été soumis à un vieillissement thermique en présence du papier pendant 2500 heures à une température de 115° C. L'acidité, la tension interfaciale (IFT), le DDP et la turbidité de l'huile ont été mesurés toutes les 500 heures. Les résultats obtenus sont consignés dans la Figure 5.11.



**Figure 5.11 : Évaluation de l'état de l'huile minérale avec les nouvelles et les traditionnelles méthodes.**

Les résultats de classification de ces échantillons selon les nouveaux critères ainsi que les critères traditionnels sont présentés dans le Tableau 5.8. À partir de ce Tableau, une grande concordance entre les critères de classification selon les méthodes traditionnelles (AN, IFT) et les critères de classification selon les nouvelles méthodes (DDP, Turbidité) peut être constatée. Un très faible écart par rapport à la moyenne des classifications a été observé ( $< 1$ ). Ceci confirme la validité des nouveaux critères de classification pour les huiles vieilles sous une contrainte thermique en présence d'oxygène.

**Tableau 5.8 : Comparaison entre les nouveaux critères de classification de la qualité de l'huile et les critères traditionnels**

	Durée (heures)	Acidité (mgKOH/g)	IFT (dynes/cm)	DDP (a.u)	Turbidité (NTU)	
Mesures	00	0,003	37,15	1,66	< 1	
	500	0,03	26,5	279,37	1,4	
	1000	0,639	15,5	310,82	19,5	
	1500	1,415	14	448,47	135	
	2000	1,84	14	540,44	408	
	2500	2,16	14	579,52	540	Écart- type
Classifications	00	1	1	1	1	0
	500	1	2	3	2	0,8
	1000	5	5	4	5	0,5
	1500	6	6	6	7	0,5
	2000	7	6	7	7	0,5
	2500	7	6	7	7	0,5

#### 5.4.5. Validation avec des huiles provenant des transformateurs en service

Les nouveaux critères de classifications, ont également été appliqués sur des échantillons d'huiles collectées de différents transformateurs en service. Les spécifications des transformateurs sont données dans le Tableau 5.9.

**Tableau 5.9 : Spécifications des échantillons prélevés des transformateurs en service.**

Échantillons	date de mise en service	Puissance/ tension	Type d'huile
TS1	1998	250 kVA	Borak22
TS2	1991	250 kVA	Borak22
TS3	1999	250 kVA	Borak22
TS4	1987	250 kVA	Borak22
TS5	1997	100 kVA	Borak22
TS6	1979	100 MVA 13.8/287 kV	Nynas
TS7	1979	100 MVA 13.8/287 kV	YPF 65
TS8	1979	100 MVA 13.8/287 kV	YPF 65
TS9	2011	1000 kVA	Mineral oil
TS10	1976	153 kVA	Mineral oil
TS11 (GSU unit)	2002	100 MVA	Nynas 10 GB
RS12 (Reactor)	1979	500 kV 16.7 MVA <sub>r</sub>	YPF 65 oil
TS13	Spare	100 MVA	Nynas GX 11
TS14	1999	100 MVA	Nynas GX 11
TS15	2000	100 MVA	Nynas 10 GB
RS16	Spare	500 kV 16.7 MVA <sub>r</sub>	YPF 65
RS17	1980	500 kV 16.7 MVA <sub>r</sub>	YPF 65

Les résultats des mesures appliquées sur les échantillons et les classifications correspondantes sont récapitulés dans le Tableau 5.10. Ces classifications montrent qu'il y a une bonne concordance entre les nouveaux critères de classification et les critères traditionnels.

L'échantillon TS5 est classé dans le groupe 1 selon les critères de l'acidité et du DDP. Cependant, selon les critères de la tension interfaciale et de la turbidité, celui-ci est classé

dans le groupe 5. Il est possible de remarquer aussi que la couleur de cet échantillon est comparable à celle de l'échantillon TS4. De ce fait, le TS5 peut être classifié dans le groupe 1. En effet, il est admis qu'il y a une relation définitive entre l'acidité et la tension interfaciale [35, 36]. Cependant, comme indiqué par I.A.R GRAY de service des transformateurs [36], le changement de la tension interfaciale qui n'est pas accompagné d'un changement d'acidité ne se produit qu'en raison de la contamination, qui ne provient pas de l'oxydation normale de l'huile. Donc, dans le cas de l'échantillon TS5, il y a d'autres substances (de source interne ou externe) autre que les produits d'oxydation qui ont influencés la tension interfaciale et la turbidité de l'huile. La même remarque peut être faite pour l'échantillon TS7.



**Tableau 5.10 : Classification des huiles provenant des transformateurs en service.**

	Échantillons	Acidité (mgKOH/g)	IFT (dynes/cm)	DDP (a,u)	Turbidité (NTU)	Couleur
Mesures	TS1	0,205	15,5	369,95	5,36	15
	TS2	0,219	15	311,64	3,9	13
	TS3	0,149	16	308,8	3,55	12
	TS4	0,022	26	162,75	0,863	8
	TS5	0,034	16	153,96	7,6	7
	TS6	0,008	33	174,81	0,95	7
	TS7	0,0308	27	96,52	1,92	5
	TS8	0,0058	32	26,67	0,97	2
	TS9	0,003	35,2	3,32	1,8	-
	TS10	0,024	28,4	189,2	2	-
	TS11	0,02	34,8	15,33	0,52	-
	RS12	0,04	41,5	169,16	1,37	-
	TS13	0,02	36,5	27,43	1,2	2
	TS14	0,025	33	204,22	0,32	7
	TS15	0,025	32,5	106,78	0,368	7
	RS16	0,0084	28	34,7	1,09	1
	RS17	0,003	30	69,96	2,02	4
Classifications	TS1	4	5	4	4	5
	TS2	4	5	4	4	4
	TS3	3	5	4	4	4
	TS4	1	3	1	1	2
	TS5	1	5	1	5	2
	TS6	1	1	1	1	2
	TS7	1	3	1	3	1
	TS8	1	1	1	1	1
	TS9	1	1	1	2	-
	TS10	1	2	1	3	-
	TS11	1	1	1	1	-
	RS12	1	1	1	2	-
	TS13	1	1	1	1	1
	TS14	1	1	1	1	2
	TS15	1	1	1	1	2
	RS16	1	2	1	1	1
	RS17	1	1	1	3	1

## 5.5. Conclusion

La spectrophotométrie UV/VIS (DDP) et la turbidité sont deux méthodes de diagnostic alternatives, fiables, rapides et précises. Jusqu'à présent, l'utilisation de ces méthodes était limitée à une évaluation qualitative, à laquelle aucun critère décisionnel n'était associé. Dans ce travail, une étude de corrélation/ régression entre les nouvelles méthodes de diagnostic proposées et les méthodes traditionnelles ont été établies. Les résultats obtenus montrent qu'à cause de l'absorption d'une partie des produits de décomposition dissous par le papier et la limite de la décroissance de la tension interfaciale, la corrélation de cette dernière avec les techniques alternatives a donné un faible coefficient de régression. Cependant, la corrélation entre l'acidité et ces méthodes donne un meilleur coefficient de régression. Les relations mathématiques qui en résultent peuvent être appliquées à n'importe quelle norme de maintenance en vue d'établir des critères de classification de la qualité de l'huile en fonction de DDP et de la turbidité. Les critères de classification selon les méthodes traditionnelles (Acidité, IFT, Couleur) de S.D. Myers et al. [87], ont été utilisés pour établir les nouveaux critères dans ce travail. Afin de vérifier l'applicabilité de ces nouveaux critères en fonction de DDP et la turbidité, ces derniers ont été appliqués à des huiles provenant des transformateurs en service. Les résultats obtenus ont confirmé la faisabilité de l'utilisation de la spectrophotométrie UV/VIS (DDP) et de la turbidité comme outil de diagnostic et de classification de la qualité de l'huile. Ainsi, le DDP qui varie d'un ratio plus significatif que l'IFT et l'acidité peut être utilisé comme outil de diagnostic effectif pour indiquer la dégradation de l'huile des transformateurs de puissance. Toutefois,

le niveau de dégradation et le degré de contamination des huiles en service varient beaucoup. En général, un seul type d'essai ne peut être utilisé comme critère unique de l'état d'un échantillon d'huile. L'évaluation de l'ensemble des caractéristiques significatives est nécessaire pour la prise d'une décision appropriée. La spectroscopie Infrarouge représente aussi un outil très utile pour l'identification des molécules et des groupes fonctionnels d'un matériau. Cette technique fera l'objet d'étude du chapitre suivant.

## **CHAPITRE 6**

### **DÉTERMINATION DE LA TENEUR EN EAU ET DE L'ACIDITÉ DE L'HUILE PAR SPECTROSCOPIE INFRAROUGE À TRANSFORMÉE DE FOURIER (IRTF)**

## CHAPITRE 6

### DÉTERMINATION DE LA TENEUR EN EAU ET DE L'ACIDITÉ DE L'HUILE PAR SPECTROSCOPIE INFRAROUGE À TRANSFORMÉE DE FOURIER (IRTF)

#### 6.1. Introduction

En service, la durée de vie ou le vieillissement des transformateurs de puissance est principalement liée à la dégradation de son isolation. Les sous-produits issus de la dégradation du système isolant sont l'eau et d'autres substances chimiques. Les huiles de transformateurs sont très sensibles à l'humidité. Un taux d'humidité qui dépasse 50 % de la limite de saturation de l'huile minérale réduit considérablement la tension de claquage. Cela peut entraîner des défaillances catastrophiques et potentiellement causer des incendies. Pour cette raison, la détermination de la teneur en eau dans l'isolation s'avère très importante. En effet, il y a plusieurs méthodes de quantification de la teneur en eau, chacune d'elles a ses caractéristiques et potentialités [95]. Actuellement, la technique la plus largement utilisée est la méthode de Karl Fischer (KF), celle que présentée en détail dans le chapitre 3 (§ 3.2.1). Cette méthode est basée sur la réaction chimique d'oxydo-réduction de l'iode avec du dioxyde de soufre en présence d'eau et dans un excès de pyridine. Cependant, cette méthode surestime la teneur en eau en raison de la réaction de l'iode avec des hydro-péroxydes, des acides et d'autres impuretés issus de la dégradation d'huile prélevée sur des équipements en service [29, 95]. L'évaluation de l'état de l'huile

implique aussi la détermination d'autres paramètres importants tels que l'acidité (§ 3.2.2.), un paramètre souvent utilisé pour prendre des décisions de maintenance appropriées concernant l'état de l'huile (voir chapitre 5).

De nos jours, connaître la structure moléculaire la plus fine et observer une réaction chimique complexe est devenu possible dans divers domaines grâce à la spectroscopie IRTF. Dans le domaine pétrolier, la Spectroscopie Infrarouge à Transformée de Fourier (IRTF) est l'un des instruments souvent utilisés pour surveiller l'état des lubrifiants. Celle-ci implique l'analyse de la détection d'une large gamme de contaminants, tels que les produits d'oxydation, et l'humidité. La surveillance de la concentration est une procédure semi-quantitative, en ce sens qu'aucun étalonnage par rapport à une méthode de référence primaire n'est effectuée [96].

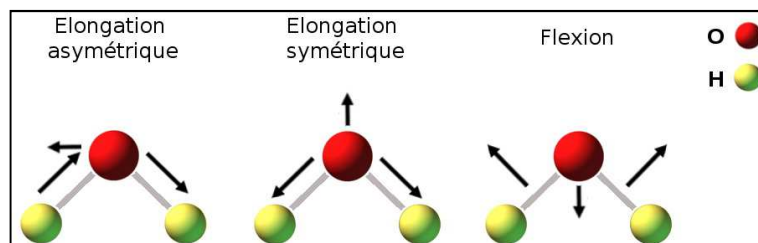
La plupart des laboratoires d'analyse d'huile isolante investissent dans des appareils comme le coulomètre Karl Fisher (KF) pour déterminer la teneur en eau, ainsi que d'autres équipements pour réaliser d'autres analyses pertinentes telles que l'indice d'acidité, tout à un coût substantiel en termes d'équipements et de consommable (produits chimiques, réactifs et solvants).

L'analyse moléculaire de l'huile par Spectroscopie Infrarouge à Transformée de Fourier (IRTF) fournit des informations directes sur les espèces moléculaires présentes dans l'huile. Cette sensibilité aux compositions moléculaires peut être utilisée pour déterminer l'humidité et les produits d'oxydation de l'huile, ce qui permet de réduire ainsi les réactifs

utilisés. Le présent chapitre est consacré à la mise en œuvre d'une méthode d'analyse qualitative et quantitative de l'humidité et des produits d'oxydation de l'huile minérale des transformateurs de puissance par la spectroscopie IRTF. Les composés moléculaires associés à ces contaminants sont déterminés à des fréquences caractéristiques, et y sont étalonnés par rapport aux méthodes conventionnelles (KF, Acidité) [33, 38].

## **6.2. La spectroscopie Infrarouge à Transformé de Fourier IRTF**

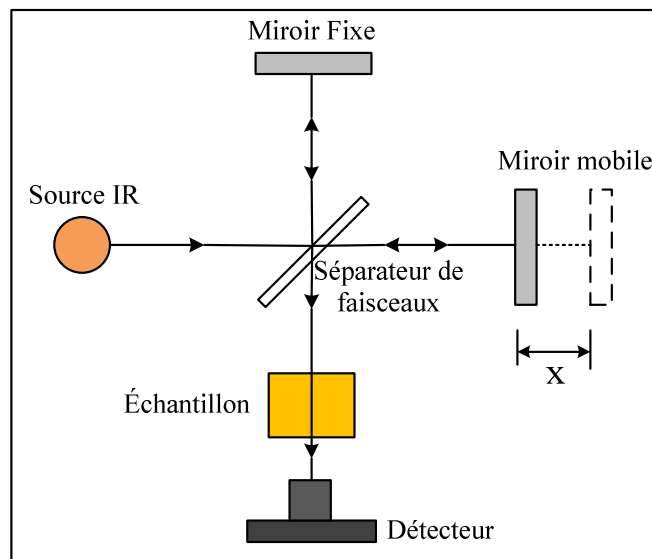
Il est reconnu que les atomes situés aux deux extrémités d'une liaison chimique sont animés d'un mouvement de vibration l'un par rapport à l'autre, formant un dipôle électrique oscillant à une fréquence spécifique. Si cette liaison non symétrique est irradiée par une source lumineuse, la composante électrique de l'onde pourra transmettre son énergie à la liaison à condition qu'il y ait accord entre sa fréquence mécanique de vibration et la fréquence électromagnétique de la radiation [32]. Dans l'infrarouge, les niveaux vibrationnels sont utilisés pour caractériser aussi bien les groupements chimiques constituant l'échantillon que la structure moléculaire. De ce fait, la Spectroscopie Infrarouge à Transformée de Fourier (IRTF) est considérée comme un outil de diagnostic non destructif très puissant pour le diagnostic de l'état de l'huile. Les mouvements moléculaires les plus connus sont les vibrations d'élongation (symétrique et asymétrique) et les vibrations de déformation angulaires (Figure 6.1). En spectrométrie infrarouge, on parle souvent de bandes d'absorption qui sont en effet des spectres formés des pics élargis. Ces bandes sont causées par l'interaction des espèces présentes, ce qui perturbe les niveaux d'énergie et par suite, les longueurs d'onde d'absorption [97].



**Figure 6.1 : Exemple représentatif des 3 modes de vibrations fondamentales de la molécule d'eau.**

Le spectromètre à Transformée de Fourier, contrairement au spectromètre dispersif (§ 3.3.1), ne possède pas de monochromateur mais un Interféromètre de Michelson (Figure 6.2). L'interféromètre est composé d'un séparateur de faisceau, d'un miroir fixe et d'un miroir qui translate très précisément d'avant en arrière (miroir mobile). Les rayonnements de la source atteignent le séparateur de faisceau et se divisent en deux faisceaux, l'un dirigé vers un miroir fixe, l'autre vers un miroir mobile. Ce miroir se déplace sur une distance  $x$ , les deux faisceaux se recombinent après la séparatrice avec une différence de trajet optique ( $x$ ). Un aller-retour du miroir permet une analyse simultanée de toutes les longueurs d'onde du rayon IR incident. L'énergie reçue par le détecteur correspond alors à la figure d'interférences obtenue par recombinaison des deux faisceaux, appelée interférogramme, modulée par l'absorption par l'échantillon. Une transformation mathématique, la transformée de Fourier, permet de passer de cette figure d'interférences (qui est fonction de  $x$ ) au spectre infrarouge classique, fonction de la fréquence [98, 99].





**Figure 6.2 : Diagramme schématique de l'interféromètre de Michelson, utilisé pour la spectroscopie FTIR.**

L'avantage de la IRTF est sa rapidité de mesures et sa précision. Un spectre complet peut être obtenu en quelques dixièmes de seconde. L'interféromètre ne comportant aucune fente (pas de monochromateur), l'énergie qui atteint le détecteur est environ 100 fois plus grande que celle issue d'un appareil dispersif. L'appareil est donc beaucoup plus sensible.

### 6.3. Utilisation de la spectroscopie IRTF

Ces dernières années, il y a eu un intérêt considérable dans l'étude de la spectroscopie infrarouge à Transformée de Fourier (ou FTIR pour *Fourier Transformed InfraRed Spectroscopy*) pour la caractérisation de l'état de l'isolation huile/ papier [100]. Percherancier et Vuarchex [101] ont utilisé la Spectroscopie Infrarouge à Transformée de Fourier (IRTF) pour détecter les additifs et les contaminants dans l'huile isolante.

Récemment, un système portable pour l'analyse en ligne de l'isolation huile/ papier des transformateurs basé sur la spectroscopie infrarouge a été développé [102, 103]. Ce système est capable d'estimer le degré de polymérisation du papier isolant des enroulements du transformateur ainsi que l'état de l'huile avec précision, en utilisant des calculs basés sur des méthodes chimiométriques.

#### **6.4. Modes vibrationnelles et bandes d'absorption de la molécule d'eau**

Sur la Figure 6.1, il est possible de distinguer trois modes vibrationnels de la molécule d'eau. La vibration d'élongation symétrique, implique essentiellement les deux longueurs OH qui varient en phase à un nombre d'onde de  $3657\text{ cm}^{-1}$ . Le deuxième mode à  $3756\text{ cm}^{-1}$  fait aussi varier essentiellement les longueurs de la liaison, mais en opposition de phase (vibration d'élongation asymétrique). Enfin, le troisième mode, à  $1595\text{ cm}^{-1}$ , fait essentiellement varier l'angle HOH (vibration de déformation ou de flexion) [104].

La norme ASTM, sous la désignation E2412 [96] a été établie pour surveiller l'état des lubrifiants (des moteurs) par l'analyse de la tendance des bandes caractéristiques IRTF. Cette norme utilise la bande OH ( $3595\text{ cm}^{-1}$  -  $3700\text{ cm}^{-1}$ ) pour surveiller l'évolution de l'humidité des lubrifiants et les ester synthétiques. Cependant, cette analyse directe des bandes d'absorbance de l'eau par la spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier, n'est généralement utilisée que pour des taux d'humidité relativement élevée (i.e  $> 200\text{ ppm}$ ).

Selon la norme IEEE C57.106-2002 [105], pour un transformateur dont la tension maximale est inférieure ou égale à 69 kV, à une température de  $70^{\circ}\text{C}$ , la limite de la teneur

en eau acceptable dans l'huile minérale est de 55 ppm. Cette valeur diminue à 15 ppm pour un transformateur de 230 kV et plus [105]. À des taux d'humidités relativement faibles, la spectroscopie IR ne peut pas quantifier l'humidité dans l'huile [106]. D'autre part, bien que l'analyse directe fournisse un moyen pour la détection de l'eau dans les lubrifiants, elle ne permet pas une analyse quantitative de l'eau présente en raison de chevauchement des bandes d'absorption infrarouge caractéristiques de l'eau, avec les OH des autres constituants, souvent présents dans les huiles. Les limites au niveau de la sensibilité et de la précision de cette approche d'analyse directe ont conduit Van Der Voort *et al.* [106-109] au développement d'une nouvelle méthode alternative IRTF permettant de détecter l'humidité dans les huiles lubrifiantes et les huiles comestibles. Cette méthode est basée sur l'extraction de l'humidité contenue dans l'huile à l'aide d'un solvant polaire. Après l'extraction, la phase du solvant qui contient les molécules d'eau extraite est analysée par la spectroscopie IRTF [106]. L'acétonitrile a été jugé très approprié comme solvant d'extraction pour plusieurs raisons [110]. Premièrement, il est suffisamment polaire pour être en grande partie non miscible avec l'huile minérale et capable d'extraire l'eau de manière efficace. Deuxièmement, l'acétonitrile n'a pas de bandes d'absorption caractéristiques dans les parties du spectre infrarouge moyen, où l'eau est absorbée; de faibles taux d'humidité peuvent donc être détectés [111].

La méthode d'extraction a été aussi appliquée aux huiles lubrifiantes pour déterminer la teneur en acide et les produits d'oxydations par spectroscopie IRTF. Récemment, une méthode alternative à la méthode traditionnelle pour déterminer l'acidité des lubrifiants en

utilisant la spectroscopie IRTF a été proposée [112]. A. Georgiev et *al.* [113] ont aussi utilisé des méthodes d'extractions pour avoir des informations plus précises sur les produits d'oxydation dans l'huile minérale des transformateurs de puissance.

Jusqu'à présent, aucune étude n'a encore été effectuée pour déterminer la teneur en eau dans l'huile minérale isolante des transformateurs de puissance par spectroscopie IRTF. En utilisant la spectroscopie IRTF combinée avec la méthode d'extraction (à base d'acétonitrile) et la régression linéaire PLS, il a été possible de déterminer la teneur en eau dans l'huile minérale à des valeurs inférieures à 10 ppm.

### **6.5. Évaluation multivariée des données par chimiométrie**

Les spectres d'absorption IRTF sont souvent complexes et possèdent normalement de larges bandes d'absorption se chevauchant. Les propriétés chimiques, physiques et structurales de toutes les espèces présentes dans un échantillon influencent les spectres mesurés. De même, les différences minimales d'un échantillon à l'autre dans une série d'échantillons peuvent générer de très faibles différences spectrales, ce qui signifie que les données d'absorption obtenues (spectres mesurés) dépendent de plus d'une variable simultanément et sont donc à ce titre multivariées.

La chimiométrie utilise des procédures mathématiques et statistiques pour effectuer l'analyse multivariée des données afin de filtrer les informations corrélées selon une caractéristique particulière à partir d'une vaste quantité de données. Dans l'analyse IRTF qualitative et quantitative, la portion pertinente de données spectrales multivariées est

extraite sans perte d'informations importantes, tout en éliminant les informations indésirées (les interférences ou le bruit). Parmi les nombreuses méthodes disponibles pour l'analyse quantitative, on peut distinguer les méthodes de condensation de données. Ces méthodes consistent à caractériser des données de très grandes dimensions par un nombre restreint de composantes abstraites qui sont des combinaisons linéaires des variables d'origine. L'une des méthodes chimiométriques la plus répandue est la régression des moindres carrés partiels (PLS) [114].

C'est le domaine des études socio-économiques qui connaît les premiers développements de la méthode des moindres carrés partiels (PLS). La méthode PLS est depuis largement utilisée, principalement dans le domaine des industries chimiques, pétrolières et agroalimentaires [115].

D'une manière générale, étalonner (calibrer) consiste à utiliser des données empiriques et une connaissance antérieure pour prédire une information quantitative inconnue  $Y$  à partir de mesures disponibles  $X$ , via une certaine fonction mathématique de transfert [115]. C'est pour cela que les mesures ou les variables  $X$  sont appelées «prédicteurs». Dans le cas de la spectroscopie IRTF, les prédicteurs sont les spectres qui seront représentés par la matrice  $X$  tandis que les sorties sont les concentrations des éléments chimiques étudiés et seront représentées par la matrice  $Y$ .

Le problème se résume donc à la prédiction de  $Y$  à partir de  $X$  après avoir établi la relation de régression de la forme  $Y = aX + b$ , où « $a$ » est le coefficient de régression et « $b$ » le résidu de la régression de  $Y$  sur  $X$ .

La régression linéaire des moindres carrés (PLS) consiste à mesurer l'efficacité d'un ajustement par la somme des carrés des écarts  $r_i$  (écarts appelés «résidus») entre la valeur vraie de la concentration en analyte<sup>2</sup> et sa valeur estimée par la courbe d'étalonnage. effectuer un ajustement consiste donc à minimiser la «distance»  $S = \sum [Y_i - f(X_i)]^2 = \sum r_i^2$  [115]. Comme il a été dit plus haut, dans le cas où plus qu'une bande d'absorption est utilisée et/ou que l'on soit en présence de plusieurs composés, la concentration est liée à plusieurs variables, soient les absorbances des bandes considérées. On parle alors d'analyse multivariée et de régression linéaire multiple.

Pour un analyte et une bande d'absorption donnés, les variations d'un grand nombre d'absorbances successives sont naturellement fortement corrélées entre elles puisque quand l'intensité de cette bande croît ou décroît, les absorbances de deux points voisins varient de la même manière et ceci, à intervalles répétés dans le spectre. Pour surmonter cette contrainte, il convient de décomposer de manière mathématique les variables initialement corrélées (absorptions à de nombreuses longueurs d'onde) en un ensemble bien plus restreint de variables explicatives non-corrélées entre elles. L'idée générale consiste à

---

<sup>2</sup> Un analyte est par définition une substance mesurée dans une procédure d'analyse.

prétendre que l'information contenue dans un grand nombre de variables expérimentales contrôlées (ou variables réelles) peut être concentrée dans quelques variables sous-jacentes que l'on peut définir comme des variables latentes (scores) ou «composants» ou encore «facteurs de régression». Ce sont ces variables latentes ou composants qui seront utilisés dans l'équation de régression [115].

Le marché des logiciels scientifiques offre des produits de plus en plus conviviaux et puissants. Parmi les logiciels généralistes de statistiques offrant une bonne approche de la méthode PLS, il est possible de retenir : SIMCA, UNSCRAMBLER, LUMIERE, STATBOX. En ce qui concerne l'infrarouge, la plupart des constructeurs d'appareils incluent un module d'analyse quantitative utilisant la méthode PLS dans le logiciel gérant le spectromètre (par exemple TURBO QUANT chez Nicolet). Le Toolbox statistique de MATLAB offre aussi la possibilité d'utiliser la régression linéaire PLS en utilisant la fonction «*plsregress*». Dans ce travail, la régression PLS a été effectuée en utilisant Omnic<sup>TM</sup> TurboQuant de la compagnie Thermo Fisher Scientific Inc. Pour ce faire, seulement la bande d'absorption informative a été sélectionnée, c'est-à-dire la bande d'élongation symétrique/ asymétrique OH entre  $3300\text{ cm}^{-1}$ -  $3750\text{ cm}^{-1}$  pour déterminer la teneur en eau [106].

En ce qui concerne la détermination de l'acidité avec spectroscopie IRTF, la bande autour de  $1710\text{ cm}^{-1}$  a été exploitée [116].

## **6.6. Méthodologie pour la détermination de l'humidité avec IRTF**

Les méthodes d'analyse quantitative et qualitative requièrent une calibration et une validation préalables. Les échantillons représentatifs ainsi que les résultats exacts obtenus par des méthodes d'analyse de référence (par exemple les concentrations des échantillons analysés) sont nécessaires pour calibrer et valider les données d'absorption IRTF. Pour la détermination de la teneur en eau par spectroscopie IRTF, le coulomètre Karl Fischer est appliqué comme méthode d'analyse de référence.

### **6.6.1. Produits et matériels utilisés**

Un solvant (acétonitrile) de haute performance a été utilisé pour extraire l'humidité de l'huile. Pour sécher le solvant, celui-ci a été conservé dans une bouteille contenant un tamis moléculaire dont la taille des pores est de 3-4 Å. La bouteille est équipée d'une pipette pour distribuer la quantité désirée du solvant en empêchant ainsi le contact du solvant avec l'air (Figure 6.3).

L'huile minérale utilisée dans cette étude est le Nytro Lynx (§ 5.3.1 du chapitre 5). Des échantillons vieillis de cette huile ont été aussi préparés en soumettant l'huile à un vieillissement accéléré dans un four à convection, à une température de 100°C pendant 2500 heures. La tension interfaciale mesurée à la fin du vieillissement indique une valeur de 14 dynes/cm, ce qui peut signifier que l'huile est en état de dégradation avancée.

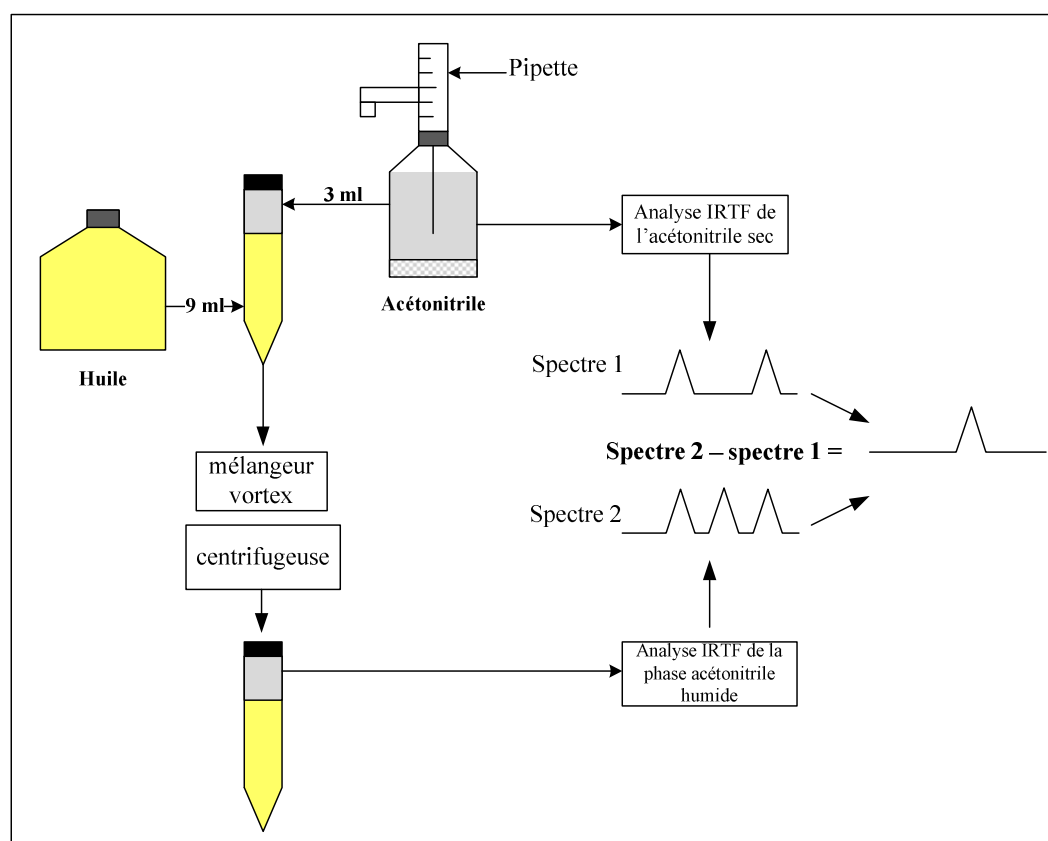


L'appareil IRTF utilisé est le spectromètre Perkin-Elmer, disponible au laboratoire de chimie de l'UQAC. En spectrométrie par transmission, les liquides sont analysés sous forme de fines couches entre deux fenêtres dans une cellule pour liquide. Le type de cellule, le choix du matériau de fenêtres et le parcours optique sont déterminés par l'échantillon. La plupart des travaux réalisés pour extraire l'humidité des lubrifiants avec l'acétonitrile ont utilisé des cellules à base de ZnS. Pour détecter de faibles concentrations d'humidité, une cellule pour les liquides de type ZnS avec le parcours optique de 1000  $\mu\text{m}$  a été utilisée.

#### **6.6.2. Procédure de préparation et protocole analytique**

La procédure de préparation d'échantillon et le protocole d'analyse par spectroscopie IRTF mis au point pour la détermination de la teneur en eau des huiles, en utilisant la méthode d'extraction de l'humidité dans l'acétonitrile sec, sont illustrés dans la Figure 6.3. Pour détecter des concentrations d'humidité faible, il est suggéré d'utiliser au moins le double du volume d'huile par rapport au volume d'acétonitrile [107]. Dans ce travail, un ratio de volume huile/acétonitrile de 3:1 a été utilisé. Par conséquent, un volume de 9 ml d'huile et de 3 ml d'acétonitrile ont été ajoutés dans un tube de centrifugeuse. Les tubes ont été scellés hermétiquement, secoués à l'aide d'un vortex pendant quelques minutes (2-3 minutes) et centrifugés pendant 2 minutes afin de séparer les deux phases : huile et acétonitrile. La phase supérieure de l'acétonitrile qui contient l'humidité de l'huile ainsi que l'humidité du solvant (sec) a été récupérée et son spectre enregistré. Afin d'éliminer l'effet de l'humidité du solvant, le spectre de l'acétonitrile sec a été aussi enregistré. Une opération

de soustraction entre les deux spectres a été effectuée. Le spectre final ne contient normalement donc que l'humidité de l'huile extraite.



**Figure 6.3 : Diagramme schématisé de la procédure de préparation d'échantillon pour l'analyse de l'humidité des huiles minérales et le protocole d'analyse spectrale IRTF.**

### 6.6.3. Saisie des spectres

L'IRTF étant une technique spectrale mono-faisceau, chaque spectre est la résultante de l'absorption due à l'échantillon et de celle de «l'environnement». Il en résulte que le spectre

de la substance étudiée est obtenu par soustraction du «spectre du bruit de fond» appelé Background. Le Background est réalisé en présence de la cellule vide (sans échantillon). Que ce soit pour le Background ou pour les échantillons, les spectres ont été saisis en transmission de 4000 à 400  $\text{cm}^{-1}$  avec les paramètres de réglage suivants du spectromètre : résolution égale à 8  $\text{cm}^{-1}$ ; nombre de scans égale à 8.

## **6.7. Résultats et discussions**

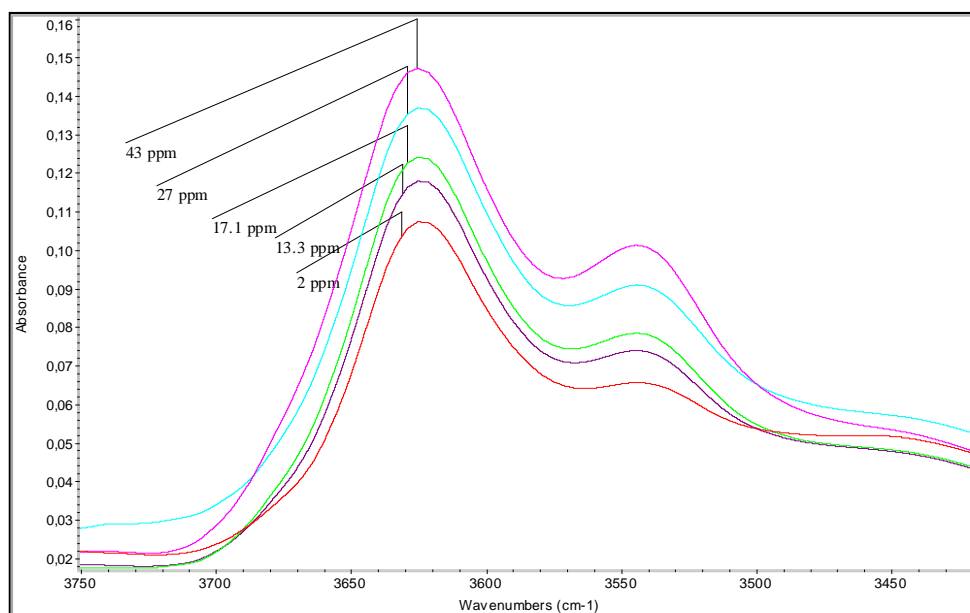
Pour démontrer la capacité d'extraction par l'acétonitrile, la teneur en eau de deux échantillons d'huiles (neuve et vieillie) a été mesurée avec le colomètre Karl Fisher (KF) avant et après l'extraction. Avant l'extraction, la teneur en eau dans les échantillons neufs et vieillis était 40 et 43 ppm respectivement. Après l'extraction avec l'acétonitrile et la séparation des deux phases (solvant et huile), la teneur en eau dans les deux échantillons était entre 2 et 5 ppm. Tenant compte de l'incertitude de mesure avec le Karl Fisher, on peut conclure que l'acétonitrile a quasiment pu enlever toute l'humidité de l'huile.

### **6.7.1. Modèles de régression linéaire**

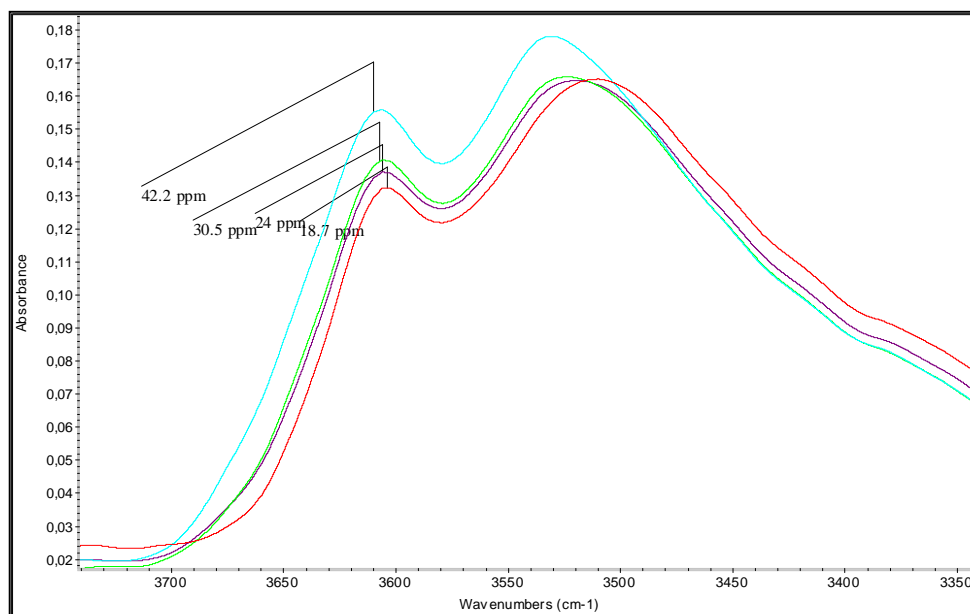
Dans un premier temps, l'analyse a été effectuée à un seul nombre d'onde, on parle alors d'analyse monovariée. Pour ce faire, des échantillons d'huiles neuves et vieilles avec différents taux d'humidités ont été préparés. Pour varier l'humidité dans ces échantillons, ceux-ci ont été préalablement séchés et conservés dans des bouteilles fermées hermétiquement. Après le séchage, certains échantillons ont été conservés dans un environnement humide afin d'augmenter leur taux d'humidité. La teneur en eau des huiles a

été déterminée périodiquement par Karl Fisher (KF). À la fin de cette procédure, des standards d'étalonnage avec des taux d'humidité entre 2 et 43 ppm (Figure 6.6) ont été préparés. Ces échantillons ont été ensuite préparés et traités selon la procédure présentée dans la Figure 6.3.

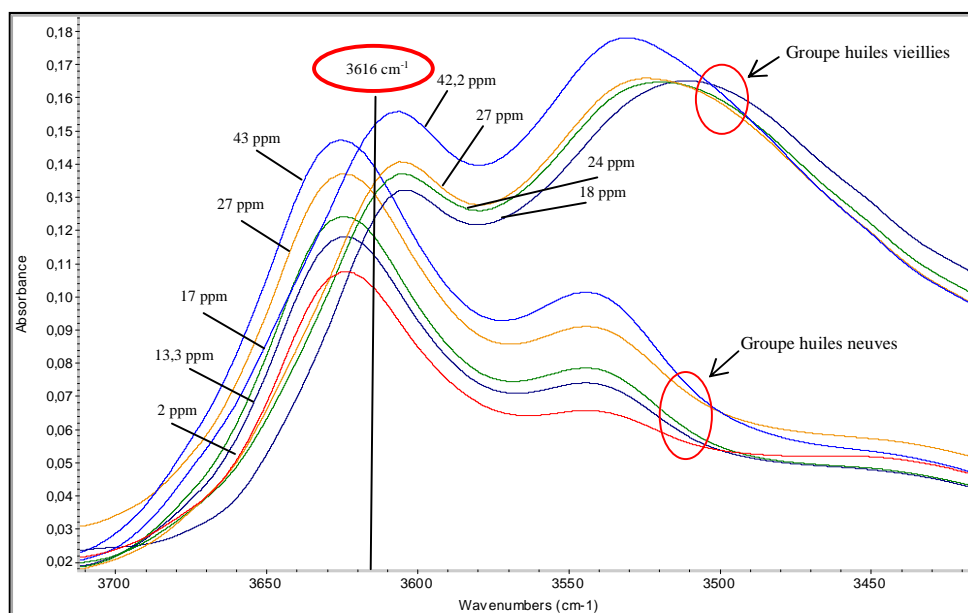
Les Figures 6.4 et 6.5 représentent les spectres de l'acétonitrile utilisés pour l'extraction de l'humidité contenue dans les échantillons ainsi préparés. À partir de ces Figures, l'on peut constater une évolution évidente des bandes d'absorbance OH ( $3625\text{cm}^{-1}$  et  $3540\text{cm}^{-1}$ ) de l'eau en fonction de la teneur en eau mesurée avec Karl Fisher. Cependant, la bande de déformation HOH à  $1630\text{cm}^{-1}$  ne présente pas de tendance en fonction de l'humidité (non présenté). Il est possible de remarque aussi qu'il y a un décalage vers la droite (vers les basses fréquences) et une absorbance OH importante au voisinage de  $3550\text{cm}^{-1}$  des spectres d'acétonitrile utilisés pour les huiles vieilles (Figure 6.6). Cela pourrait signifier qu'en plus de l'eau, l'acétonitrile a extrait également d'autres constituants polaires formés pendant la dégradation de l'huile. Ces résultats sont en accord avec les résultats de Van de Voort et al [106].



**Figure 6.4 : Spectres d'acétonitrile utilisés pour extraire l'humidité de l'huile neuve.**



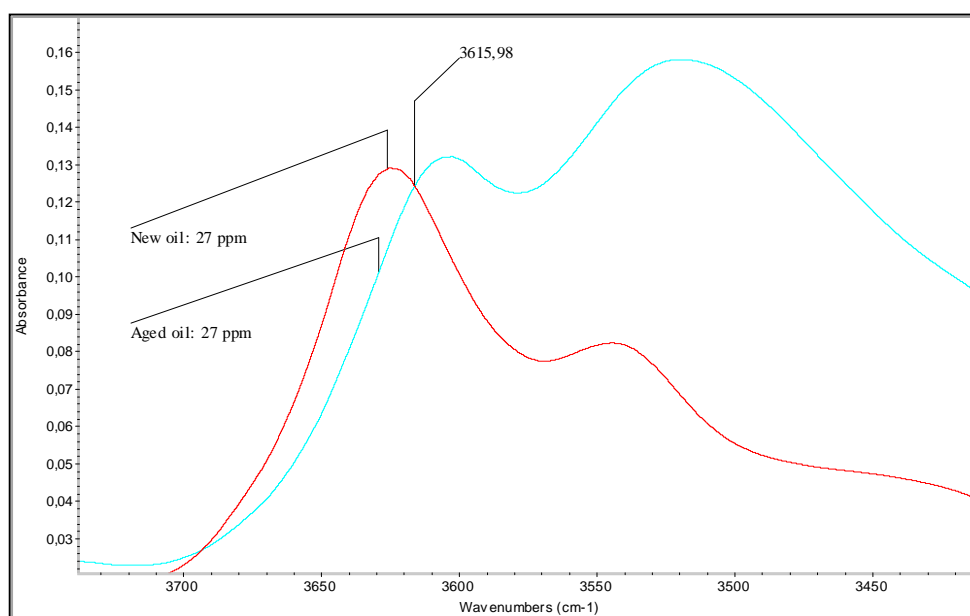
**Figure 6.5 : Spectres d'acétonitrile utilisés pour extraire l'humidité de l'huile vieillie.**



**Figure 6.6 : Spectres d'acétonitrile pour les huiles neuves et vieilles à 3626 et à 3544  $\text{cm}^{-1}$  respectivement.**

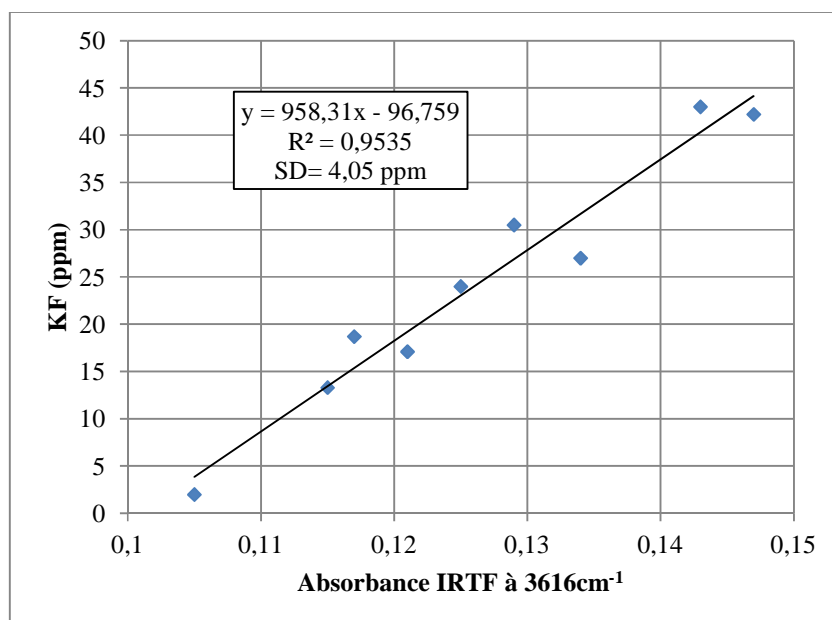
Bien que la Figure 6.6 démontre que les mesures aux maxima des pics des bandes d'absorbance de l'eau seraient l'objet d'une interférence substantielle de diverses composantes co-extraites, l'interférence du côté haute fréquence de la bande  $3625 \text{ cm}^{-1}$  a été jugée minime. Cependant, une analyse détaillée des spectres montre que les intersections des spectres des échantillons neufs et vieillis qui ont pratiquement les mêmes taux d'humidité se trouvent au voisinage de la bande  $3616 \text{ cm}^{-1}$ . À titre d'exemple, la Figure 6.9 présente les spectres de deux échantillons neuf et vieilli qui ont un taux d'humidité identique. Il est clair que la bande d'absorbance OH symétrique à  $3540 \text{ cm}^{-1}$  est affectée par les produits d'oxydation de l'huile et qu'il y a un décalage du spectre de l'échantillon vieilli vers les fréquences les plus basses. Cependant, la bande OH asymétrique garde la même

absorbance avec un petit décalage du spectre de l'échantillon vieilli. Il est possible de constater que les deux spectres présentent la même valeur d'absorption à environ  $3616\text{ cm}^{-1}$ . En se basant sur ce constat, le nombre d'onde  $3616\text{ cm}^{-1}$  a été choisi comme bande d'absorbance optimale pour l'estimation de la teneur en eau de l'huile minérale, en utilisant la méthode d'extraction avec l'acétonitrile.



**Figure 6.7 : Spectres IRTF d'acétonitrile utilisé pour extraire l'humidité dans une huile neuve et vieillie avec teneur en eau de 27 ppm.**

En utilisant l'absorbance à  $3616\text{ cm}^{-1}$ , un étalonnage a été effectué sur les échantillons d'huiles neuves et vieilles préparées précédemment avec des taux d'humidité entre 2 et 43 ppm. La relation entre la teneur en eau et l'absorbance IRTF à  $3616\text{ cm}^{-1}$  est présentée à la Figure 6.8. D'après les résultats obtenus, une très bonne corrélation linéaire avec un coefficient de détermination de 0,95 et un écart type (SD) de  $\pm 4\text{ ppm}$  a été obtenue.



**Figure 6.8 : Régression entre la teneur en eau mesurée dans l'huile (KF) et l'absorbance IRTF à 3616cm⁻¹.**

Cette régression a permis d'établir la relation suivante :

$$Wc \text{ (ppm)} = 958,31 \cdot A_{3616} - 96,76 \quad \text{avec } R^2 = 0,95 \quad (6.1)$$

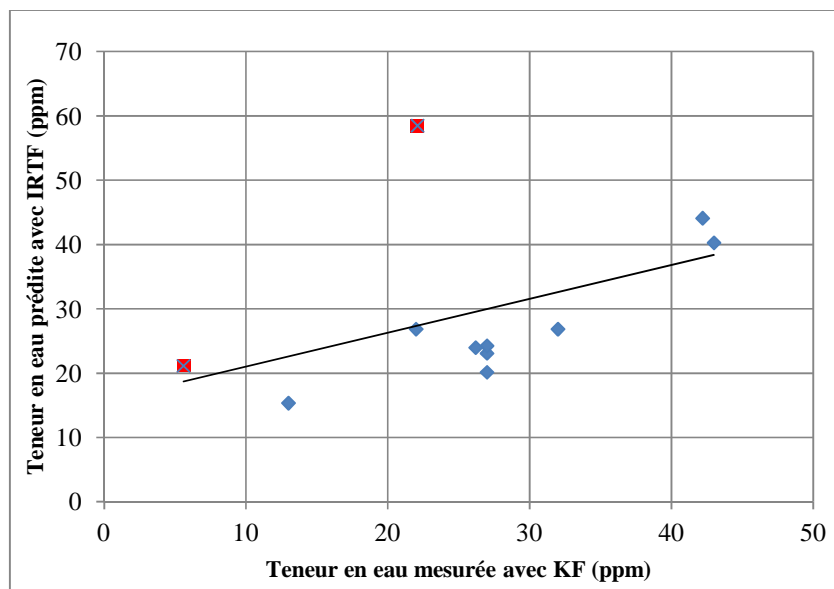
Où  $Wc$  est la teneur en eau en ppm, et  $A_{3616}$  est l'absorbance IRTF à 3616 cm⁻¹.

La validation a été réalisée en utilisant onze échantillons d'huile neuve, vieillie et provenant de transformateurs en service. Ces huiles ont été préparées selon la méthodologie présentée à la Figure 6.3. La teneur en eau de ces échantillons a été déterminée avec la méthode KF. La Figure 6.9, représente une corrélation entre l'humidité mesurée (KF) et l'humidité prédite avec la méthode IRTF/acétonitrile en utilisant l'équation (6.1). En effet, cette corrélation est affectée considérablement par les valeurs aberrantes (points carrés). Il



est possible de constater également qu'il y a une mauvaise prédiction de l'humidité lorsque la valeur d'humidité mesurée est faible (premier point). Ceci pourrait être dû à la sensibilité d'absorption de l'humidité atmosphérique par l'acétonitrile. Nous rappelons que les échantillons ont été préparés et analysés dans deux lieux différents. Il est fort possible que lors de leur transport du lieu de préparation au lieu d'analyse, les échantillons d'acétonitrile aient été en contact avec l'air et ce, malgré les précautions prise pour éviter ce contact. Si les points aberrants sont éliminés en utilisant les critères de Chauvenet [117], un coefficient de régression de 0,84 peut être obtenu. Cependant, cette approche qui est basée sur l'absorption à  $3616\text{ cm}^{-1}$  peut être jugée insuffisante en terme de précision ( $\pm 5,3\text{ ppm}$ ). Une approche alternative à l'absorbance  $3616\text{ cm}^{-1}$  est d'utiliser une approche plus sophistiqué qui est la régression linéaire des moindres carrée (PLS).

.



**Figure 6.9 : Comparaison entre la teneur en eau prédite, avec IRTF à  $3616\text{ cm}^{-1}$ , et mesurée avec KF.**

#### **6.7.2. Estimation de la teneur en eau en utilisant la régression PLS**

Dans cette partie, la bande d'absorbance entre  $3300\text{ cm}^{-1}$  et  $3750\text{ cm}^{-1}$  a été utilisée pour faire l'analyse. Il s'agit donc d'une analyse multivariée qui nécessite une analyse chimiométrique, telle que présentée dans la section 6.5 de ce chapitre. Avec le développement des logiciels de calculs, ces méthodes ont beaucoup facilité les analyses spectroscopiques, ce qui explique leur forte utilisation dans l'industrie. Une des particularités de la régression PLS est que le modèle obtenu dépend du nombre de facteurs (§ 6.5). L'utilisation d'un grand nombre de facteurs peut mener à un bon ajustement de données. Cependant, ceci peut conduire à un problème de sur-ajustement. Le nombre optimal de facteurs est celui qui conduit aux résidus les plus faibles. Ce nombre est alors

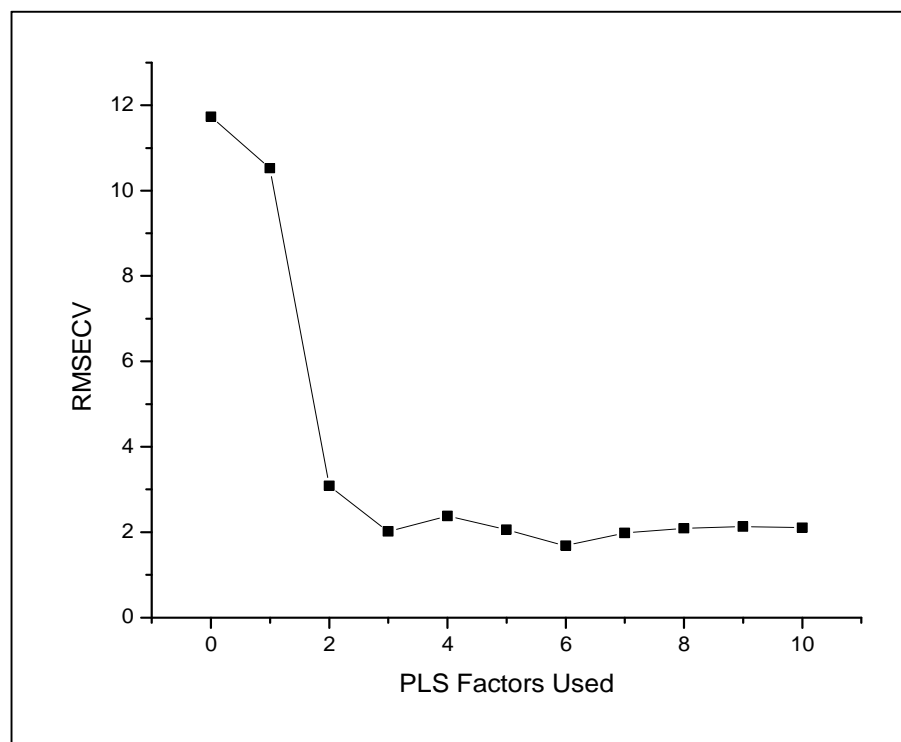
considéré comme un paramètre qu'il faut choisir avec soin. Pour décider de la dimension du modèle, deux considérations sont à prendre en compte : la qualité de l'ajustement des données (pourcentage de variance expliquée) et la qualité de prédiction (somme des racines carrées des erreurs de prédiction par validation croisée) ou RMSECV (Root-Mean-Square Error of Cross-Validation) [118].

La régression PLS a été développée à l'aide du logiciel statistique TurboQuant. Pour ce faire, 16 échantillons d'huiles neuves, vieilles et provenant d'un transformateur de puissance ont été préparés selon la méthode présentée à la Figure 6.3. Cette fois-ci, avant de procéder à la régression PLS, des analyses spectrales additionnelles ont été effectuées. Une dérivée seconde a été performée sur les spectres différentiels d'extrait d'acétonitrile.

#### ➤ Nombre de facteurs avec validation croisée

La validation croisée est une méthode générale de sélection des modèles de prédiction. L'idée de base est de séparer l'échantillon initial en deux sous-échantillons. Le modèle de prédiction est construit à partir du premier apprentissage et le deuxième est utilisé pour en tester la qualité (validation). Cette opération consiste à enlever donc un étalon de la matrice d'étalonnage de taille  $m$  et à élaborer le modèle PLS avec les  $m - 1$  étalons restants. Puis, on applique le modèle à l'étalon rejeté. On répète l'opération pour les  $m$  étalons de la matrice. Chaque étalon possède alors une valeur réelle et une valeur estimée. L'écart entre ces deux valeurs est appelé erreur ou résidus et noté  $r_i$ . Le calcul des sommes de racines carrées des résidus permet de définir le RMSE. Une faible valeur de RMSE indique une

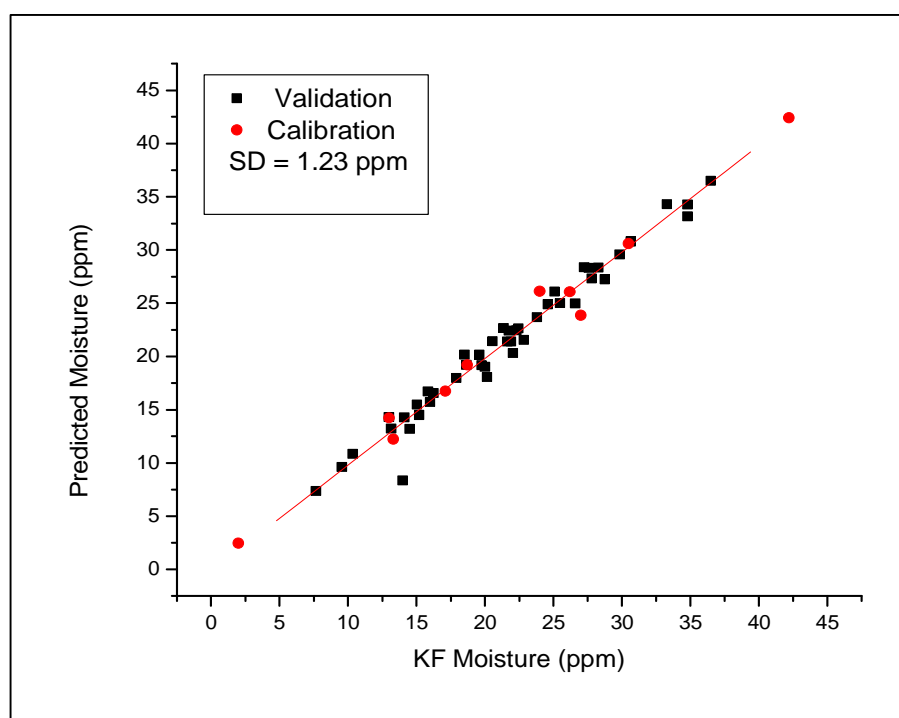
bonne prédiction. À partir de la Figure 6.10, il est possible de constater que le modèle de régression PLS avec trois (3) facteurs peut être satisfaisant.



**Figure 6.10 : Évolution de la somme de racines carrées des erreurs de prédiction RMSE.**

La Figure 6.11 présente les résultats de la régression PLS pour les échantillons d'étalonnage (●) dont l'humidité a été déterminée avec KF, ainsi que les résultats de prédiction (■) avec d'autres échantillons de validation (mélange spectrales). Les échantillons de validation ont été générés en additionnant les spectres d'étalonnage entre eux et en divisant par 2. Les valeurs de KF correspondantes ont été calculées de la même façon.

En utilisant 3 facteurs, la régression (étalonnage) PLS de l'humidité mesurée avec Karl Fisher et l'humidité prédite avec la spectroscopie IRTF donne un écart type de  $\sim 1,23$  ppm. D'autre part, la validation croisée donne un écart type de 2,05 ppm. Ce qui peut représenter de très bons résultats. Toutefois, pour avoir une bonne prédiction, au lieu d'utiliser le mélange spectral, il est nécessaire d'utiliser un plus grand nombre d'échantillons, et des conditions de préparation des échantillons adéquates (analyse dans le même laboratoire, humidité atmosphérique contrôlée).



**Figure 6.11 : Régression PLS de l'humidité prédite en fonction de l'humidité mesurée avec validation croisée.**

### 6.7.3. Répétabilité et reproductibilité

Pour vérifier la répétabilité et la reproductibilité de cette méthode, cinq (5) échantillons d'huiles ont été analysés trois fois le jour même pour la répétabilité, et en 2 jours différents pour la reproductibilité. Les résultats obtenus sont récapitulés dans le Tableau 6.1. Un faible écart type moyen, d'environ  $\sim 1,3$  ppm, a été trouvé pour la répétabilité, ce qui indique la stabilité des mesures avec une certaine incertitude. Cependant, l'écart type pour la reproductibilité était d'environ 16 ppm. La valeur élevée de l'écart type par rapport à la reproductibilité est en effet causée par le changement de l'humidité dans les échantillons d'huiles entre les jours de mesures. Il est possible de remarquer ce changement dans les valeurs moyennes de la répétabilité et la reproductibilité de chaque échantillon.

**Tableau 6.1: Répétabilité et reproductibilité, la moyenne et l'écart type de 5 échantillons d'huiles.**

Échantillon	Type d'huile	répétabilité		reproductibilité	
		moyenne	Écart-type	moyenne	Écart-type
1	Huile neuve	16,0	2,0	26,4	15,6
2	Huile neuve	27,8	1,0	20,6	8,8
3	Huile vieillie	21,1	1,0	35,5	21,7
4	Huile vieillie	17,0	1,5	29,7	20,3
5	Huile transformateur	24,9	1,0	33,1	12,9

## **6.8. Détermination de l'acidité de l'huile minérale des transformateurs avec l'IRTF**

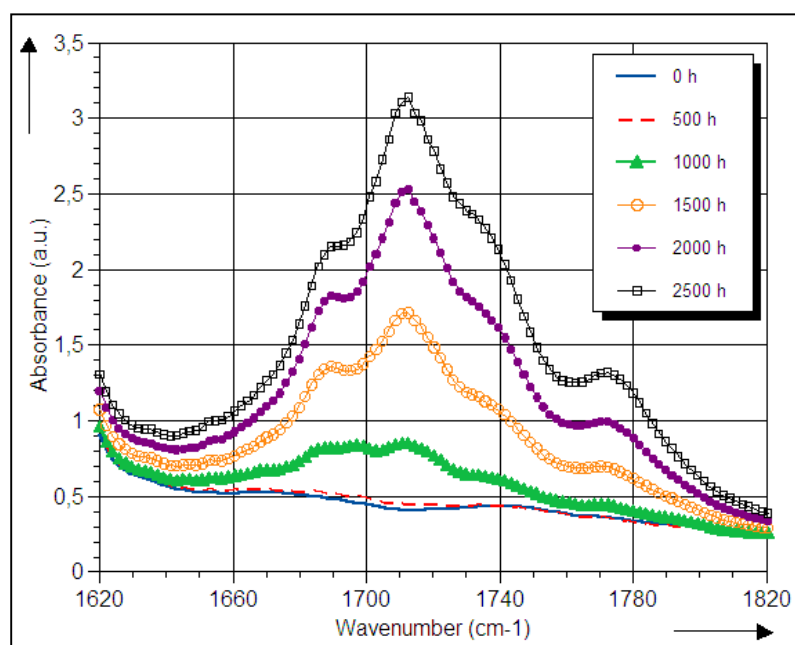
### **6.8.1. Procédure de mesure et d'analyse**

Dans la deuxième partie de ce travail, l'analyse spectrale a été effectuée directement sur des échantillons d'huile en utilisant une cellule de type  $\text{CaF}_2$ , avec un parcours optique de 0,105 mm. Les échantillons d'huile ont été soumis à un vieillissement accéléré en présence de catalyseur en cuivre et du papier isolant. Le vieillissement a duré 2500 heures à une température de  $100^\circ\text{C}$ . Des prélèvements d'échantillons ont été effectués toutes les 500 heures. L'acidité des échantillons a été déterminée par une méthode de titrage conformément à la norme ASTM D 974. Une étude de régression entre les variables dépendantes et indépendantes a été effectuée. La variable indépendante représente l'absorbance mesurée à un nombre d'onde unique, qui est mesurée pour plusieurs variables dépendantes (Acidité).

### **6.8.2. Résultats et discussion**

L'oxydation de l'huile minérale conduit à la formation des produits de décomposition solubles (liés aux composés naphthéniques et paraffiniques), tels que des aldéhydes ( $\text{RCOH}$ ) et des cétones ( $\text{RCOR}$ ), les produits finaux de l'oxydation sont des acides carboxyliques ( $\text{RCOOH}$ ) [15]. Selon M. P. Zakharich, et *al.* [116], en spectroscopie infrarouge (IR), l'acide carboxylique présente deux (2) bandes de valence :  $\text{C=O}$  entre  $1680$  et  $1730\text{ cm}^{-1}$  et une vibration d'élongation  $\text{OH}$  au voisinage de  $3550\text{ cm}^{-1}$ . Ceci peut expliquer aussi l'absorption  $\text{OH}$  ( $3350\text{ cm}^{-1}$ ) importante des huiles vieilles vue dans la Figure 6.6.

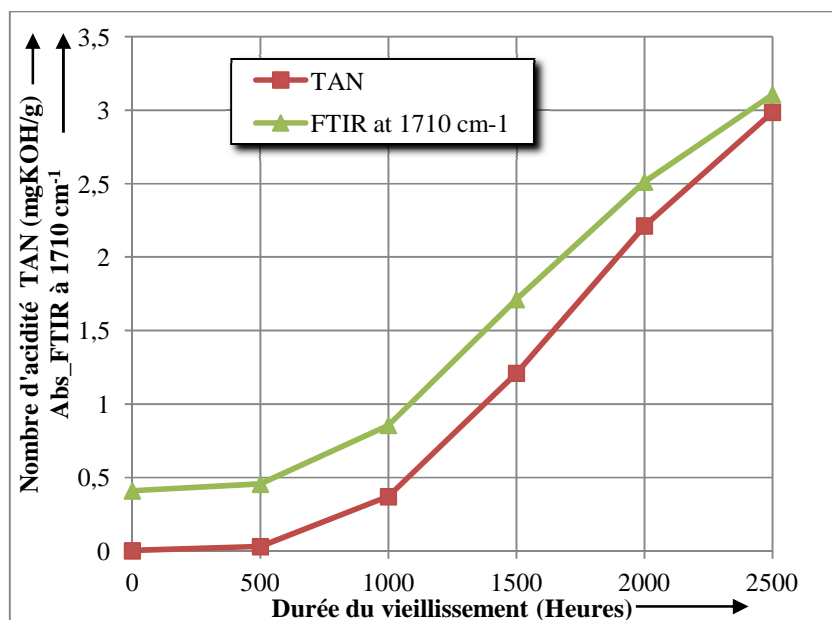
La plupart des travaux réalisés utilisent la bande d'absorption  $1680$  et  $1730\text{ cm}^{-1}$  à titre indicatif de l'oxydation/ détérioration de l'huile minérale. Dans ce travail, on montre la possibilité de quantifier l'acidité de l'huile à partir de l'absorption IRTF de l'huile minérale au voisinage de  $1710\text{ cm}^{-1}$ . Selon Wooton D. and Barry S. [119], la plupart des pics liés à la formation de l'aldéhyde et des acides carboxyliques apparaissent entre  $1600$  et  $1820\text{ cm}^{-1}$ . Cet effet est clairement visible dans les résultats de la Figure 6.12, qui représente les résultats d'analyse IRTF effectuées sur les échantillons d'huiles vieilles. À partir de cette Figure, il est possible de constater qu'il y a une évolution en ordre croissant de la bande d'absorption de la liaison C=O en fonction de la durée de vieillissement à  $1710\text{ cm}^{-1}$ .



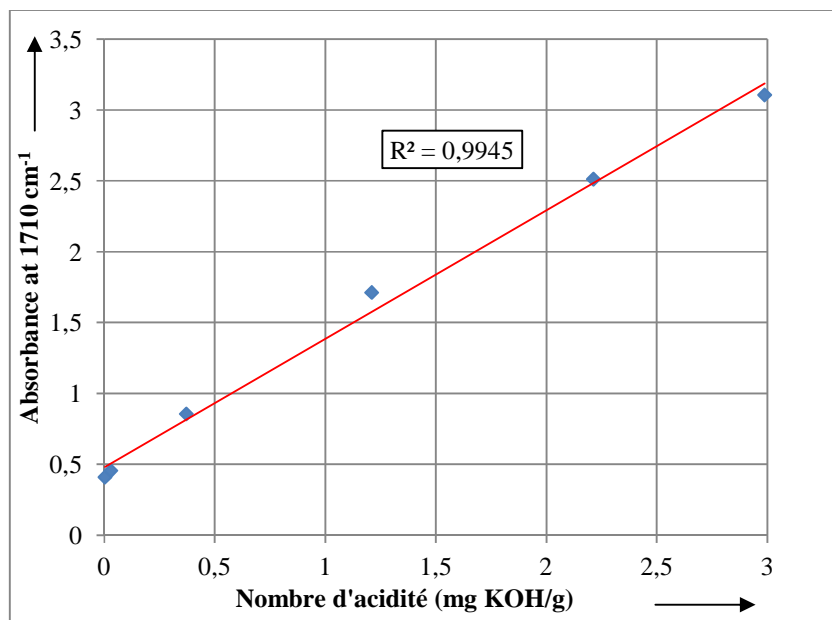
**Figure 6.12 : Effet du vieillissement sur les spectres d'absorbance FTIR dans la région  $1710\text{ cm}^{-1}$ .**



Une comparaison entre l'acidité et l'absorbance IRTF à  $1710\text{ cm}^{-1}$  en fonction de la durée du vieillissement montre que ces deux paramètres ont le même profil d'évolution (Figure 6.13). Par conséquent, une relation linéaire entre ces deux paramètres peut s'établir, comme constaté sur la Figure 6.14. Cette Figure présente une très bonne relation linéaire entre l'absorbance IRTF à  $1710\text{ cm}^{-1}$  ( $A_{1710}$ ) et l'acidité (TAN) de l'huile avec un coefficient de détermination de 0,99.



**Figure 6.13 : Profile de l'acidité et de l'absorbance IRTF à  $170\text{ cm}^{-1}$  en fonction de la durée de vieillissement.**



**Figure 6.14 : Corrélation entre l'absorbance IRTF à  $1710\text{ cm}^{-1}$  et l'acidité de l'huile.**

Les résultats présentés jusqu'à maintenant révèlent la possibilité d'utiliser la bande d'absorbance de l'acide carboxylique dans l'estimation de l'acidité de l'huile minérale. Toutefois, il est possible de discerner qu'autour de  $1710\text{ cm}^{-1}$ , il y a d'autre pics, donc une possibilité d'avoir un chevauchement. Chaque pic peut contribuer un peu à l'intensité du pic central biaisant aussi les mesures faites sur ce point. Afin de rendre ces résultats exploitables, il est nécessaire d'approfondir l'étude avec un nombre plus grand d'échantillons en réduisant le pas de vieillissement pour pouvoir suivre étape par étape le profil de l'absorbance IRTF en fonction de l'acidité.

## 6.9. Conclusion

De façon générale, les résultats obtenus indiquent que l'analyse spectrale IRTF des extraits acétonitrile de l'huile minérale isolante est un moyen fiable et précis pour déterminer la teneur en eau de cette dernière. Le développement de logiciels, qui utilisent la chimiométrie, intégrés aux spectromètres, a rendu l'analyse quantitative des spectres IR plus facile et accessible à tous les utilisateurs de cette méthode. Dans le présent travail, il a été démontré qu'avec l'utilisation de la régression des moindres carrés (PLS), il est tout à fait possible d'estimer la teneur en eau de l'huile isolante en utilisant la méthode d'extraction avec l'acétonitrile et la spectroscopie IRTF.

En ce qui concerne la détermination de l'acidité avec la spectroscopie IRTF, les résultats obtenus donnent une piste permettant d'exploiter cette méthode dans l'évaluation de l'acidité de l'huile minérale des transformateurs de puissance. Malgré la linéarité trouvée entre l'absorbance IRTF à  $1710\text{ cm}^{-1}$  et l'acidité, les résultats obtenus peuvent être affectés par d'autres substances qui ne reflètent pas nécessairement la teneur en acide de l'huile. Pour avoir des mesures plus précises, l'utilisation d'un nombre important d'échantillons avec différents niveaux d'acidité semble nécessaire. L'utilisation de la chimiométrie sur un nombre plus grand d'échantillons peut donner des résultats plus réalistes. Si nécessaire, des méthodes basées sur l'extraction des substances liées directement à l'acidité comme celles utilisées par D. Li et al [112] sur les lubrifiants sont aussi suggérées.

## **CHAPITRE 7**

### **CONCLUSIONS GÉNÉRALES ET RECOMMANDATIONS**

## **CHAPITRE 7**

### **CONCLUSIONS GÉNÉRALES ET RECOMMANDATIONS**

#### **7.1. Conclusions**

Les travaux réalisés dans cette étude avaient pour objectif d'explorer et de développer des techniques et méthodes d'analyses alternatives permettant une évaluation rapide et précise de l'état de l'isolation des transformateurs de puissance en vue de prolonger leur durée de vie. Les travaux ont consisté à :

- Développer un capteur destiné à la surveillance en ligne de l'état de papier imprégné d'huile des transformateurs de puissance;
- Établir des critères de classification de la qualité de l'huile minérale isolante pour les nouvelles techniques de diagnostic proposées, utilisant la spectrophotométrie UV/visible et la turbidité;
- Déterminer la teneur en eau et de l'acidité de l'huile minérale des transformateurs de puissance en utilisant la spectroscopie IRTF.

À partir des différents résultats obtenus, les conclusions suivantes peuvent être faites :

1. En se basant sur des études antérieures, un capteur de type capacitif interdigité a été choisi. Cependant, ce travail a été limité à l'étude de la faisabilité des capteurs interdigités pour évaluer l'état du papier imprégné des transformateurs. Pour évaluer la capacité de détection du capteur, un vieillissement accéléré du papier imprégné d'huile incluant le capteur a été réalisé. La réponse diélectrique a été mesurée en fonction du vieillissement. Il a été constaté qu'aux basses fréquences, soit en dessous de 10 Hz, il était possible de distinguer l'évolution du facteur de dissipation en fonction du vieillissement. Pour bien interpréter les résultats, un circuit *RC* équivalent, représentant le papier imprégné a été simulé sous Matlab. Les paramètres du circuit (*R* et *C*) ont été optimisés à partir de l'impédance mesurée au moyen du capteur. Cela, a permis de calculer les pôles comme nouveau paramètre diélectrique d'indication de l'état du système isolant. Les pôles qui se caractérisent par leur indépendance de la géométrie de l'isolation ont donné une bonne information sur l'état de dégradation du papier imprégné. De petites valeurs de pôles indiquent une bonne isolation alors que de grandes valeurs de pôles indiquent une dégradation de l'isolation. Dans cette étude, l'augmentation des pôles a été accompagnée d'une diminution du degré de polymérisation du papier. Cependant, nous pensons qu'il peut y avoir une contribution des produits de dégradation de l'huile dans l'augmentation des pôles. Les expériences réalisées pour étudier l'effet de la dégradation de l'huile sur la réponse diélectrique ont montré que celui-ci est moins significatif que l'effet de dégradation de papier, aux très basses fréquences, soit à 0,01 Hz. L'utilisation d'un capteur interdigité pour la surveillance en ligne des transformateurs de puissance, semble être fiable et

prometteuse. L'avantage sans contexte de ce type de capteur est qu'il fournira un accès privilégié au papier dans le transformateur. Un tel capteur permettra ainsi de surveiller dynamiquement l'état de l'isolation des transformateurs de puissance en mesurant sa réponse diélectrique.

2. La spectrophotométrie UV/VIS (DDP) et la turbidité, sont deux méthodes de diagnostic alternatives, fiables, rapides et précises. Jusqu'à présent, l'utilisation de ces méthodes étant limitée à l'évaluation qualitative où aucune décision préliminaire ne pouvait être prise sur la base des résultats. Dans ce travail, des corrélations entre les méthodes traditionnelles et ces méthodes alternatives ont été proposées. Pour ce faire, diverses caractéristiques de l'huile ont été mesurées en fonction du vieillissement. Il s'agit en particulier de la tension interfaciale (IFT), l'acidité (AN), la spectrophotométrie UV/VIS (DDP) et la turbidité (TUR). Les résultats obtenus ont montré qu'il y a de très bonnes corrélations entre l'acidité et les produits de décomposition dissous mesurés avec la spectrophotométrie UV/VIS, ainsi qu'entre l'acidité et les produits insolubles mesurés par turbidité. Ces corrélations ont permis d'établir des critères de classification de la qualité de l'huile minérale isolante en se basant sur les critères déjà établis pour l'acidité. Pour valider les nouveaux critères, ceux-ci ont été appliqués à des échantillons d'huile provenant des transformateurs en service et comparés aux résultats issus des critères traditionnels. Les résultats ont confirmé la faisabilité de l'utilisation des critères de la spectrophotométrie UV/VIS (DDP) et de la turbidité pour la classification de la qualité de l'huile minérale isolante. Comme il y a plusieurs normes de classification de l'huile, les relations mathématiques

utilisées pour les critères établis peuvent être appliquées à n'importe quelle autre norme en vue d'établir des critères de classification de la qualité de l'huile en fonction du DDP et de la turbidité.

3. L'utilisation de la spectroscopie IRTF comme outil d'analyse de l'humidité et de l'oxydation de l'huile minérale isolante a été exploré dans ce travail. La bande d'absorbance  $3300\text{ cm}^{-1}$  -  $3750\text{ cm}^{-1}$  a été utilisée pour déterminer la teneur en eau. Afin d'éviter les chevauchements avec les produits d'oxydation de l'huile ou d'antioxydant, l'humidité a été extraite à l'aide d'un solvant polaire, l'acétonitrile. Les résultats obtenus montrent qu'en plus de l'humidité, l'acétonitrile a pu extraire d'autres produits de l'huile. L'analyse spectrale a permis d'identifier l'absorbance à  $3616\text{ cm}^{-1}$  pour la détermination de la teneur en eau. En utilisant cette bande, une bonne corrélation a été obtenue par rapport aux mesures de Karl Fisher. Cependant, à partir des résultats de la validation, l'absorbance à  $3616\text{ cm}^{-1}$  a été jugée insuffisante pour quantifier l'humidité. Pour palier à cette problématique, l'utilisation de la régression linéaire des moindres carrés (PLS) a permis de prédire avec précision la teneur en eau dans l'huile.

D'autre part, l'oxydation de l'huile a été déterminée par une analyse directe de l'huile minérale en utilisant la bande d'absorbance de l'acide carboxylique à  $1710\text{ cm}^{-1}$ . Cette bande a été utilisée pour estimer l'acidité de l'huile. Les résultats obtenus confirment la faisabilité d'exploiter cette méthode en vue de l'évaluation de l'acidité de l'huile minérale des transformateurs de puissance.



## 7.2. Recommandations

La gestion de l'avarie d'un transformateur est toujours un compromis techno économique fonction du manque à gagner et du délai de remplacement qui peut aller jusqu'à quelques années. Afin de prendre des décisions optimales concernant le remplacement du transformateur, il est très important de connaître l'état de l'isolation papier des enroulements. La possibilité d'évaluer l'état général du papier en ligne d'une façon non destructive pourrait énormément aider dans les prises de décision. Le capteur proposé dans cette thèse peut être utilisé pour accomplir cette tâche. Cependant, le choix de l'emplacement du capteur devra aussi faire l'objet de recherche. Ensuite, il faudra procéder à la maîtrise quantitative des sources parasites pour une mesure en ligne et de l'influence des champs électromagnétiques. Comme suggestion préliminaire, le capteur pourrait être installé sur le noyau du transformateur. Dans ce cas, il sera nécessaire d'établir un facteur de correction en fonction de la température mesurée au niveau des enroulements et au niveau du capteur, de telles sortes qu'on puisse ramener les paramètres mesurés à la température au niveau du capteur vers la température mesurée au niveau des enroulements. Cette méthode est déjà utilisée au niveau de l'industrie, le facteur de dissipation mesuré à la température de fonctionnement du transformateurs est toujours ramené par un facteur de correction à une température de 20°C. Il sera aussi intéressant de poursuivre la recherche afin de pouvoir séparer l'effet de vieillissement et de l'humidité à partir de l'analyse de la réponse diélectrique. Dans ce sens, des études ont été initiées au sein de la chaire

ISOLIME. Les résultats préliminaires obtenus ont montré la possibilité de réaliser cette séparation.

Pour les critères de classification, il est possible de constater que le taux de variation de DDP d'une classe à une autre est élevé. Par exemple le maximum de la première classe est de 216. Par conséquent, il est nécessaire de trouver une analyse chimique liée directement aux produits dissous qui peut fournir des relations plus précises. Chaque classe peut être dans ce cas subdivisée encore en sous classes. Cela devrait permettre de suivre étape par étape l'état de l'huile et d'intervenir au moment optimale afin de prolonger la durée de vie des transformateurs. Il est reconnu que la contrainte électrique peut entraîner la rupture des molécules d'hydrocarbure donnant lieu à des radicaux libres. Par conséquent, il est également suggéré de faire une étude de corrélation par rapport à la turbidité en prenant en considération l'effet du champ électrique. En réalisant les mêmes vieillissements effectués dans cette étude, une comparaison entre les critères de la turbidité des échantillons avec et sans contrainte électrique pourrait être établie. Cela permettrait de voir à quel point le champ électrique peut influencer les critères de la classification.

En ce qui concerne la prédiction de la teneur en eau par spectroscopie IRTF, afin d'avoir de bons résultats, il est nécessaire d'améliorer les conditions de préparation et d'analyse des échantillons d'huiles. Le travail dans un milieu où l'humidité est contrôlée et l'utilisation d'un système IRTF automatique devraient permettre d'améliorer les résultats. De nos jours, il existe des systèmes IRTF portatifs permettant faire des analyses in situ. Par

conséquent, le développement d'une méthode d'analyse IRTF de la teneur en eau directe, sans extraction, semble nécessaire pour ce type de système.

Malgré la linéarité trouvée entre l'absorbance IRTF à  $1710\text{ cm}^{-1}$  et l'acidité, les résultats obtenus peuvent être affectés par le chevauchement des pics voisins où chaque pic peut contribuer un peu à l'intensité du pic central biaisant ainsi les mesures faites sur ce point. Afin de rendre ces résultats exploitables, il est nécessaire d'approfondir l'étude avec un nombre plus grand d'échantillons en réduisant le pas de vieillissement pour pouvoir suivre étape par étape le profil de l'absorbance IRTF en fonction de l'acidité. L'utilisation de la chimiométrie sur un nombre plus grand d'échantillons pourrait donner de meilleurs résultats.

## **Liste des publications issues de la thèse**

### ➤ **Journaux avec Comité de Lecture**

1. Y. Hadjadj, F. Meghnefi, I. Fofana and H. Ezzaidi, "On the Feasibility of Using Poles Computed from Frequency Domain Spectroscopy to Assess Oil Impregnated Paper Insulation Conditions ", *Energies*, Vol. 6, No. 4, pp. 2204-2220, 2013
2. Y. Hadjadj, I. Fofana, F. R. van der Voort and D. Buissières, "Potential of Determining Moisture Content in Mineral Insulating Oil by FTIR Spectroscopy" *IEEE Electrical Insulation Magazine* (sous presse)
3. Y. Hadjadj and I. Fofana "Assessing Insulating Oil Decaying by means of Turbidity and UV/Vis Spectrophotometry Measurements" *IEEE, DEIS* (sous presse)

### ➤ **Articles de compte rendus de Conférences arbitrées**

1. Y. Hadjadj, I. Fofana, F. Meghnefi and H. Ezzaidi, "Assessing Oil Paper Insulation Conditions by Poles computed from Frequency Domain Spectroscopy", *International Conference on Dielectric Liquids*, Trondheim, Norway, 26 – 30 June 2011
2. Y. Hadjadj, I. Fofana and J. Jalbert, "Insulating Oil Decaying assessment by FTIR and UV-Vis spectrophotometry measurements", *2013 Annual Conference on Electrical Insulation and Dielectric Phenomena (CEIDP)*, Shenzhen, China, 20 Oct - 23 Oct 2013.

## RÉFÉRENCES

- [1] IEC 60076-1, "Power transformers – Part 1: General," International Electrotechnical Commission, 2000.
- [2] J.H. Harlow, *Electric Power Transformer Engineering, Third Edition*: Taylor & Francis, 2012.
- [3] S. Alain, "Surveillance continue des transformateurs de puissance par réseaux de neurones auto-organisés," Thèse de doctorat, Faculté des sciences et techniques de l'ingénieur, École polytechnique fédérale de Lausanne Lausanne, Suisse, 2001.
- [4] M. Wang, A. J. Vandermaar, and K. D. Srivastava, "Review of condition assessment of power transformers in service," *IEEE Electrical Insulation Magazine*, vol. 18, no. 6, pp. 12-25, 2002.
- [5] S. Chakravorti, D. Dey, and B. Chatterjee, *Recent Trends in the Condition Monitoring of Transformers: Theory, Implementation and Analysis*: Springer London ; Imprint: Springer, 2013.
- [6] CIGRE Working Group. (1983) An international survey on failures in large power transformers *Electra*.
- [7] William H. Bartley P.E., "Analysis of Transformer Failures," presented at the International Association of Engineering Insurers, Stockholm, 2003.
- [8] R. Fourniée, *Les isolants en électrotechnique : essais, mécanismes de dégradation, applications industrielles*. Paris: Paris : Eyrolles, 1990.
- [9] D. Dhiba, *Etude du vieillissement de l'isolation papier-huile dans les transformateurs de puissance. Influence des inhibiteurs d'oxydation*, 1995.
- [10] B. Noëlle, "Liquides isolants en électrotechnique Présentation générale," *Techniques de l'ingénieur Matériaux à propriétés électriques et optiques*, vol. base documentaire : TIB375DUO, no. ref. article : d2470, 2002.
- [11] B. Noëlle, "Liquides isolants en électrotechnique Caractéristiques des produits," *Techniques de l'ingénieur Matériaux à propriétés électriques et optiques*, vol. base documentaire : TIB375DUO, no. ref. article : d2471, 2002.
- [12] ASTM Designation D3487, "Standard Specification for Mineral Insulating Oil Used in Electrical Apparatus," Annual Book of ASTM Standards Vol:10.3, 2009.

- [13] IEC 60296, "Fluids for electrotechnical applications – Unused mineral insulating oils for transformers and switchgear " International Electrotechnical Commission, 2012.
- [14] P. Verma, "Condition monitoring of transformer oil and paper," Thesis, Departement of electrical and instrumentation engineering, DEEMD University, India, 2005.
- [15] P. Christophe, "Etude des huiles et des mélanges à base d'huile minérale pour transformateurs de puissance – Recherche d'une mélange optimal," thèse de doctorat, CEGELY - Centre de génie électrique de Lyon, Ecole Centrale de Lyon Lyon, 2005.
- [16] C. Lamarre, J. P. Crine, and M. Duval, "Influence of Oxidation on the Electrical Properties of Inhibited Naphthenic and Paraffinic Transformer Oils," *Electrical Insulation, IEEE Transactions on*, vol. EI-22, no. 1, pp. 57-62, 1987.
- [17] R. Gilbert, J. Jalbert, S. Duchesne, P. Tétreault, B. Morin, and Y. Denos, "Kinetics of the production of chain-end groups and methanol from the depolymerization of cellulose during the ageing of paper/oil systems. Part 2: Thermally-upgraded insulating papers," *Cellulose*, vol. 17, no. 2, pp. 253–269, 2010.
- [18] A. M. Emsley, X. Xiao, R. J. Heywood, and M. Ali, "Degradation of cellulosic insulation in power transformers. Part 3: Effects of oxygen and water on ageing in oil," *IEE Proceedings: Science, Measurement and Technology*, vol. 147, no. 3, pp. 115-119, 2000.
- [19] A. M. Emsley and G. C. Stevens, "Kinetics and mechanisms of the low-temperature degradation of cellulose," *Cellulose*, vol. 1, no. 1, pp. 26-56, 1994/03/01 1994.
- [20] J. Unsworth and F. Mitchell, "Degradation of electrical insulating paper monitored with high performance liquid chromatography," *Electrical Insulation, IEEE Transactions on*, vol. 25, no. 4, pp. 737-746, 1990.
- [21] I. Mladenovic and Ch. Weindl, *Empiric Approach for Criteria Determination of Remaining Lifetime Estimation of MV PILC Cables*, 2012.
- [22] T. K. Saha, "Review of Modern Diagnostic Techniques for Assessing Insulation Condition in Aged Transformers," *IEEE Transactions on Dielectrics and Electrical Insulation*, vol. 10, no. 5, pp. 903-917, 2003.

- [23] EPRI Report, "Transformer life extension by on-line continuous oil treatment and monitoring: Field test," Report, EPRI, Palo Alto, CA: 2001.1001959.
- [24] C.G. Garton. (1941, Dielectric loss in thin films of insulating liquids. *Journal of the Institution of Electrical Engineers - Part II: Power Engineering* 88(2), 103-120. Available: <http://digital-library.theiet.org/content/journals/10.1049/ji-2.1941.0014>
- [25] M.J. FABRE, "Revue Générale de l'Electricité (R.G.E.)," vol. 66, p. 17, 1957.
- [26] EPRI Report, "Application of Filtration System for On-Line Oil Reclamation, Degassing and Dehydration " EPRI, Palo Alto, CA: 2003.1002046.
- [27] H. Zakir, M. Hasmat, and A. Mohd, "Recent Trends in Power Transformer Fault Diagnosis and Condition Assessment," *Bulletin of Electrical Engineering and Informatics*, vol. Vol 2, No 2, pp. 95-104, June 2013.
- [28] R.E. James and Q. Su, *Condition Assessment of High Voltage Insulation in Power System Equipment*: Institution of Engineering and Technology, 2008.
- [29] V. G. Arakelian and I. Fofana, "Water in Oil-Filled, High-Voltage Equipment, Part I: States, Solubility, and Equilibrium in Insulating Materials," *Electrical Insulation Magazine, IEEE*, vol. 23, no. 4, pp. 15-27, 2007.
- [30] Manual 756/831 KF Coulometer [Online]. Available: [http://www.kprime.net/pdf/products/831\\_756\\_KF\\_Coulometer\\_Manual.pdf](http://www.kprime.net/pdf/products/831_756_KF_Coulometer_Manual.pdf). Date Accessed:12-2014
- [31] *Manual Mettler Toledo DL31/DL38 Titrators*. Available: <http://fr.mt.com/dam/LabDiv/Campaigns/TestingLabs2013/moisture/package/gtp-karl-fischer-EN.pdf> (07-2014).
- [32] Francis Rouessac, *Analyse chimique : méthodes et techniques instrumentales modernes : cours et exercices corrigés*, 6e éd.. ed. Paris: Dunod, 2004.
- [33] ASTM Designation D1533, "Standard Test Method for Water in Insulating Liquids by Coulometric Karl Fischer Titration," Annual Book of ASTM Standards, 2013.
- [34] J. Denis, J. Briant, and J-C. Hipeaux, *Physico-chimie des lubrifiants : analyses et essais*. Paris: Technip, 1997.
- [35] "FIST 3-31, Transformer Diagnostics " Report: Bureau of Reclamation, Hydroelectric Research and Technical Services Group, Denver, 2003.



- [36] I.A.R. GRAY. A guide to transformer oil analysis [Online]. Available: [http://www.satcs.co.za/Transformer\\_Oil\\_Analysis.pdf](http://www.satcs.co.za/Transformer_Oil_Analysis.pdf). Date Accessed:2014-11-10
- [37] ASTM Designation D664, "Standard Test Method for Acid Number of Petroleum Products by Potentiometric Titration," Annual Book of ASTM Standards, 2011.
- [38] ASTM Designation D974, "Standard Test Method for Acid and Base Number by Color-Indicator Titration," Annual Book of ASTM Standards, 2005.
- [39] I.A.R. Gray. Interfacial Tension [Online]. Available: [http://www.satcs.co.za/Interfacial\\_Tension-IARGray2007.pdf](http://www.satcs.co.za/Interfacial_Tension-IARGray2007.pdf). Date Accessed:2014-10-13
- [40] ASTM Designation D971, "Standard Test Method for Interfacial Tension of Oil Against Water by the Ring Method," Annual Book of ASTM Standards, Vol: 10.3, 2008.
- [41] ASTM Designation D1500, "Standard Test Method for ASTM Color of Petroleum Products," Annual Book of ASTM Standards, Vol: 10.3, 2008.
- [42] J-C. Dubois, "Propriétés diélectriques des polymères," *Techniques de l'ingénieur Matériaux pour l'électronique et dispositifs associés*, vol. base documentaire : TIB271DUO, no. ref. article : e1850, 1998.
- [43] B. D. Malpure and K. Baburao, "Failure analysis & diagnostics of power transformer using dielectric dissipation factor," in *Condition Monitoring and Diagnosis, 2008. CMD 2008. International Conference on*, 2008, pp. 497-501.
- [44] J. H. Yew, M. K. Pradhan, and T. K. Saha, "Effects of moisture and temperature on the frequency domain spectroscopy analysis of power transformer insulation," in *Power and Energy Society General Meeting - Conversion and Delivery of Electrical Energy in the 21st Century, 2008 IEEE*, 2008, pp. 1-8.
- [45] J. H. Yew, T. K. Saha, and A. J. Thomas, "Impact of temperature on the frequency domain dielectric spectroscopy for the diagnosis of power transformer insulation," in *Power Engineering Society General Meeting, 2006. IEEE*, 2006, p. 7 pp.
- [46] C. D. Paraskevas, P. Vassiliou, and C. T. Dervos, "Temperature dependent dielectric spectroscopy in frequency domain of high-voltage transformer oils compared to physicochemical results," in *Dielectric Liquids, 2005. ICDL 2005. 2005 IEEE International Conference on*, 2005, pp. 281-284.

- [47] A. Betie, F. Meghnefi, I. Fofana, and Z. Yeo, "On the impacts of ageing and moisture on dielectric response of oil impregnated paper insulation systems," in *Electrical Insulation and Dielectric Phenomena (CEIDP), 2012 Annual Report Conference on*, 2012, pp. 219-222.
- [48] I. Fofana, H. Hemmatjou, F. Meghnefi, M. Farzaneh, A. Setayeshmehr, H. Borsi, and E. Gockenbach, "On the frequency domain dielectric response of oil-paper insulation at low temperatures," *Dielectrics and Electrical Insulation, IEEE Transactions on*, vol. 17, no. 3, pp. 799-807, 2010.
- [49] L. Ruijin, H. Jian, G. Chen, and Y. Lijun, "Quantitative analysis of ageing condition of oil-paper insulation by frequency domain spectroscopy," *Dielectrics and Electrical Insulation, IEEE Transactions on*, vol. 19, no. 3, pp. 821-830, 2012.
- [50] A. Setayeshmehr, I. Fofana, C. Eichler, A. Akbari, H. Borsi, and E. Gockenbach, "Dielectric spectroscopic measurements on transformer oil-paper insulation under controlled laboratory conditions," *Dielectrics and Electrical Insulation, IEEE Transactions on*, vol. 15, no. 4, pp. 1100-1111, 2008.
- [51] C. Menguy, "Mesure des caractéristiques des matériaux isolants solides," *Techniques de l'ingénieur Matériaux à propriétés électriques et optiques*, vol. base documentaire : TIB375DUO, no. ref. article : d2310, 1997.
- [52] "User's Manual for Insulation Diagnostic System IDA 200," ed: Programma Electric AB, 2002.
- [53] I.A.R. GRAY. Evaluation of Transformer Solid Insulation [Online]. Available: [http://www.satcs.co.za/Evaluation\\_of\\_Transformer\\_Solid\\_Insulation-rev2.pdf](http://www.satcs.co.za/Evaluation_of_Transformer_Solid_Insulation-rev2.pdf). Date Accessed:2014-09-18
- [54] A. Schaut, S. Autru, and S. Eeckhoudt, "Applicability of methanol as new marker for paper degradation in power transformers," *Dielectrics and Electrical Insulation, IEEE Transactions on*, vol. 18, no. 2, pp. 533-540, 2011.
- [55] J. Jalbert, R. Gilbert, P. Tétreault, B. Morin, and D. Lessard-Déziel, "Identification of a chemical indicator of the rupture of 1,4- $\beta$ -glycosidic bonds of cellulose in an oil-impregnated insulating paper system," *Cellulose*, vol. 14, no. 4, pp. 295-309, 2007/08/01 2007.
- [56] R. Gilbert, J. Jalbert, S. Duchesne, P. Tétreault, B. Morin, and Y. Denos, "Kinetics of the production of chain-end groups and methanol from the depolymerization of

cellulose during the ageing of paper/oil systems. Part 2: Thermally-upgraded insulating papers," *Cellulose*, vol. 17, no. 2, pp. 253-269, 2010/04/01 2010.

- [57] R. Gilbert, J. Jalbert, P. Tétreault, B. Morin, and Y. Denos, "Kinetics of the production of chain-end groups and methanol from the depolymerization of cellulose during the ageing of paper/oil systems. Part 1: Standard wood kraft insulation," *Cellulose*, vol. 16, no. 2, pp. 327-338, 2009/04/01 2009.
- [58] ASTM Designation D4243, "Standard Test Method for Measurement of Average Viscometric Degree of Polymerization of New and Aged Electrical Papers and Boards," Annual Book of ASTM Standards, Vol: 10.02, 99 (renouvé 2009).
- [59] I. Fofana, A. Bouaïcha, M. Farzaneh, J. Sabau, D. Bussi res, and E.B. Robertson. (2010, Decay products in the liquid insulation of power transformers. *IET Electric Power Applications* 4(3), 177-184. Available: <http://digital-library.theiet.org/content/journals/10.1049/iet-epa.2009.0181>
- [60] A. Bouaïcha, I. Fofana, and M. Farzaneh, "Effect of oxygen on oil decay products formation," in *Electrical Insulation Conference, 2009. EIC 2009. IEEE*, 2009, pp. 133-137.
- [61] M. Arshad and S. M. Islam, "Power transformer condition assessment using oil UV - spectrophotometry," in *Electrical Insulation and Dielectric Phenomena, 2007. CEIDP 2007. Annual Report - Conference on*, 2007, pp. 611-614.
- [62] N. Das, A. Abu-Siada, and S. Islam, "New approach to estimate furan contents in transformer oil using spectroscopic analysis," in *Universities Power Engineering Conference (AUPEC), 2012 22nd Australasian*, 2012, pp. 1-4.
- [63] A. Abu-Siada, S. P. Lai, and S. M. Islam, "A Novel Fuzzy-Logic Approach for Furan Estimation in Transformer Oil," *Power Delivery, IEEE Transactions on*, vol. 27, no. 2, pp. 469-474, 2012.
- [64] A. Abu-Siada, "Correlation of furan concentration and spectral response of transformer oil-using expert systems," *Science, Measurement & Technology, IET*, vol. 5, no. 5, pp. 183-188, 2011.
- [65] ASTM Designation D6802, "Test Method for Determination of the Relative Content Of Dissolved Decay Products in Mineral Insulating Oils by Spectrophotometry," Annual Book of ASTM Standards, Vol: 10.3, 2010.

- [66] I. Fofana, A. Bouaicha, M. Farzaneh, and J. Sabau, "Ageing Behaviour of Mineral Oil and Ester Liquids: a Comparative Study," in *Electrical Insulation and Dielectric Phenomena, 2008. CEIDP 2008. Annual Report Conference on*, 2008, pp. 87-90.
- [67] ASTM Designation D6181, "Measurement of Turbidity in Mineral Insulating Oil of Petroleum Origin " Annual Book of ASTM Standars, Vol: 10.3, 2003.
- [68] J. S. N'cho, A. Beroual, I. Fofana, and T. Aka-Ngnui and J. Sabau, "Verification of Insulation Oil Reclamation by Turbidity and Spetrophotometry Measurements," *Journal of Energy and Power Engineering*, vol. 6, pp. 703-712, 2012.
- [69] J. S. N'Cho, A. Beroual, T. Ngnui-Aka, and I. Fofana and J. Sabau, "Assessing Oil Reclamation Effectiveness by means of Turbidity and Spectro-photometry Analysis," presented at the International Conference on Condition Monitoring and Diagnosis Tokyo, Japan, 2010
- [70] I. Fofana, Y. Bouslimi, H. Hemmatjou, C. Volat, and K. Tahiri, "Relationship between static electrification of transformer oils with turbidity and spectrophotometry measurements," *International Journal of Electrical Power & Energy Systems*, vol. 54, no. 0, pp. 38-44, 2014.
- [71] C. Pelletier, "Mesure de turbidité," *Techniques de l'ingénieur Caractérisation des fluides*, vol. base documentaire : TIB540DUO, no. ref. article : r2355, 2009.
- [72] J. Sabau and M. Sadar, "Determination of Solid Suspensions in Electrical Insulating Oils by Turbidemetry," Report prepared by INSOIL Canada Ltd. for the Souther Alberta Institute of Technology (SAIT), Calgary, AB, Canada.June 1998.
- [73] 2100 Series Laboratory Turbidimeters [Online]. Available: <http://www.hach.com/2100an-laboratory-turbidimeter-epa-115-vac/product?id=7640450972>. Date Accessed:2014-10
- [74] Rui Igreja and C. J. Dias, "Analytical evaluation of the interdigital electrodes capacitance for a multi-layered structure," *Sensors and Actuators A: Physical*, vol. 112, no. 2–3, pp. 291-301, 2004.
- [75] P.A. Von Guggenberg, "Applications of Interdigital Dielectrometry to Moisture and Double Layer Measurements in Transformer Insulation," Massachusetts Institute of Technology, Department of Electrical Engineering and Computer Science, 1993.

- [76] Y. Sheiretov and M. Zahn, "Dielectrometry measurements of moisture dynamics in oil-impregnated pressboard," *IEEE Transactions on Dielectrics and Electrical Insulation*, vol. 2, no. 3, pp. 329-351, 1995.
- [77] A. V. Mamishev, A. R. Takahashi, Y. Du, B. C. Lesieutre, and M. Zahn, "Parameter estimation in dielectrometry measurements," *Journal of Electrostatics*, vol. 56, no. 4, pp. 465-492, 2002.
- [78] Y. Du, M. Zahn, A. V. Mamishev, and D. E. Schlicker, "Moisture dynamic measurements of transformer board using a three-wavelength dielectrometry sensor," 1996, pp. 53-56.
- [79] A.V.; Sundara-Rajan Mamishev, K.; Fumin Yang; Yanqing Du; Zahn, M., "interdigital sensor and transducers," *Proceedings of the IEEE* vol. 92, no. 5, pp. 808 - 845, 2004.
- [80] Y. Du, M. Zahn, and B. C. Lesieutre, "Dielectrometry measurements of effects of moisture and anti-static additive on transformer board," 1997, pp. 226-229.
- [81] M. Aguet and M. Lanoz, *Haute tension*. Lausanne: Presses polytechniques et universitaires romandes, 2001.
- [82] X. B. Li, S. D. Larson, A. S. Zyuzin, and A. V. Mamishev, "Design of multichannel fringing electric field sensors for imaging. Part I. General design principles," in *Electrical Insulation, 2004. Conference Record of the 2004 IEEE International Symposium on*, 2004, pp. 406-409.
- [83] E. D. Tsamis and J. N. Avaritsiotis, "Design of planar capacitive type sensor for "water content" monitoring in a production line," *Sensors and Actuators A: Physical*, vol. 118, no. 2, pp. 202-211, 2005.
- [84] T. K. Saha and P. Purkait, "Investigations of Temperature Effects on the Dielectric Response Measurements of Transformer Oil-Paper Insulation System," *Power Delivery, IEEE Transactions on*, vol. 23, no. 1, pp. 252-260, 2008.
- [85] T. K. Saha, P. Purkait, and F. Muller, "Deriving an equivalent circuit of transformers insulation for understanding the dielectric response measurements," *Power Delivery, IEEE Transactions on*, vol. 20, no. 1, pp. 149-157, 2005.
- [86] T. K. Saha, R. Middleton, and A. Thomas, "Understanding frequency & time domain polarisation methods for the insulation condition assessment of power

- transformers," in *Power & Energy Society General Meeting, 2009. PES '09. IEEE*, 2009, pp. 1-8.
- [87] S.D. Myers, J.J. Kelly, and R.H. Parrish, *A Guide to Transformer Maintenance*: Transformer Maintenance Institute, 1981.
  - [88] R. A. Kurz and J. Leedy, "Stabilization of transformer oil against oxidation old practice with renewed interest for preventive maintenance," in *Electrical Insulation Conference, 1997, and Electrical Manufacturing & Coil Winding Conference. Proceedings*, 1997, pp. 529-536.
  - [89] IEC 60422, "Mineral insulating oils in electrical equipment –Supervision and maintenance guidance," International Electrotechnical Commission, 2005.
  - [90] IEEE Std 637-1985, "IEEE Guide For the Reclamation of Insulating Oil and Criteria for Its Use," The Institute of Electrical and Electronics Engineers, 1986.
  - [91] ASTM Designation D1934, "Standard Test Method for Oxidative Aging of Electrical Insulating Petroleum Oils by Open-Beaker Method," Annual Book of ASTM Standards, Vol: 10.3, 2012.
  - [92] R. Sanghi, "Chemistry behind the life of a transformer," *Resonance*, vol. 8, no. 6, pp. 17-23, 2003/06/01 2003.
  - [93] J. Sabau, I. Fofana, A. Bouaïcha, Y. Hadjadj, and M. Farzaneh, "An environmentally friendly dissolved oxygen and moisture removal system for freely breathing transformers," *IEEE Electrical Insulation Magazine*, vol. 26, no. 3, pp. 35-43, 2010.
  - [94] I.A.R. Gray. Guide for the purification of insulating oil [Online]. Available: [http://www.satcs.co.za/Transformer\\_oil\\_purification.pdf](http://www.satcs.co.za/Transformer_oil_purification.pdf). Date Accessed:2014-10-07
  - [95] V. G. Arakelian and I. Fofana, "Water in Oil-Filled High-Voltage Equipment Part II: Water Content as Physicochemical Tools for Insulation Condition Diagnostic," *Electrical Insulation Magazine, IEEE*, vol. 23, no. 5, pp. 15-24, 2007.
  - [96] ASTM designation E2412, "Standard Practice for Condition Monitoring of Used Lubricants by Trend Analysis Using Fourier Transform Infrared (FT-IR) Spectrometry," Book of Standards Volume: 05.04, 2010.
  - [97] B.H. Stuart, *Infrared Spectroscopy: Fundamentals and Applications*: Wiley, 2004.

- [98] *SPECTROSCOPIE I.R.T.F.* Available: <http://nte-serveur.univ-lyon1.fr/pfcp/lcp/commun/ir/ir.html> (2014-11-26).
- [99] H. Bernard, M. Jean-Yves, G. Jérôme, D. Manuel, and C. Cédric, "Spectrométrie d'absorption dans l'infrarouge," *Techniques de l'ingénieur Spectrométries*, vol. base documentaire : TIB390DUO, no. ref. article : p2850, 2012.
- [100] I. Fofana, A. Bouaïcha, and M. Farzaneh, "Characterization of aging transformer oil–pressboard insulation using some modern diagnostic techniques," *European Transactions on Electrical Power*, vol. 21, no. 1, pp. 1110-1127, 2011.
- [101] J. P. Percherancier and P. J. Vuarchex, "Fourier transform infrared (FT-IR) spectrometry to detect additives and contaminants in insulating oils," *Electrical Insulation Magazine, IEEE*, vol. 14, no. 3, pp. 23-29, 1998.
- [102] P. J. Baird, H. Herman, and G. C. Stevens, "On-site analysis of transformer paper insulation using portable spectroscopy for chemometric prediction of aged condition," *Dielectrics and Electrical Insulation, IEEE Transactions on*, vol. 15, no. 4, pp. 1089-1099, 2008.
- [103] P. J. S. Baird, H. Herman, and G. C. Stevens, "Non-destructive and in-situ analysis of insulating materials in high-voltage power transformers," in *Solid Dielectrics, 2004. ICSD 2004. Proceedings of the 2004 IEEE International Conference on*, 2004, pp. 719-722 Vol.2.
- [104] É. Biémont, *Spectroscopie moléculaire: Structures moléculaires et analyse spectrale*: De Boeck Supérieur, 2008.
- [105] IEEE Std C57.106-2002, "IEEE Guide for Acceptance and Maintenance of Insulating Oil in Equipment," Institute of Electrical and Electronics Engineers, Inc., 2002.
- [106] Frederik R. van de Voort, Jacqueline Sedman, Robert Cocciardi, and Steve Juneau, "An automated FTIR method for the routine quantitative determination of moisture in lubricants: An alternative to Karl Fischer titration," *Talanta*, vol. 72, no. 1, pp. 289-295, 2007.
- [107] A. Al-Alawi, F. R. Van De Voort, and J. Sedman, "A new Fourier transform infrared method for the determination of moisture in edible oils," *Applied Spectroscopy*, vol. 59, no. 10, pp. 1295-1299, 2005.

- [108] F. R. van de Voort, J. Sedman, V. Yaylayan, C. Saint Laurent, and C. Mucciardi, "Quantitative Determination of Moisture in Lubricants by Fourier Transform Infrared Spectroscopy," *Applied Spectroscopy*, vol. 58, no. 2, pp. 193-198, 2004/02/01.
- [109] F. R. Van De Voort, J. Sedman, R. A. Cocciardi, and D. Pinchuk, "FTIR Condition Monitoring of In-Service Lubricants: Ongoing Developments and Future Perspectives," *Tribology Transactions*, vol. 49, no. 3, pp. 410-418, 2006/09/01.
- [110] Wikipédia. "Acétonitrile" .Available: <http://fr.wikipedia.org/wiki/Ac%C3%A9tonitrile> (2014, 2014-12).
- [111] F. R. van de Voort., Jacqueline S., D. Pinchuk., R. Cocciardi., and S. Juneau. Measuring Moisture in Lubricants with FTIR: An Alternative to Karl Fischer Titration [Online]. Available: <http://www.thermal-lube.com/wp-content/uploads/2014/02/Measuring-Moisture-in-Lubricants-with-FTIR-An-Alternative-to.pdf>. Date Accessed:2014-12-10
- [112] D. Li, J. Sedman, D. L. García-González, and F. R. van de Voort, "Automated Acid Content Determination in Lubricants by FTIR Spectroscopy as an Alternative to Acid Number Determination," *Journal of ASTM International*, vol. 6, no. 6, p. 12, June 2009.
- [113] A. Georgiev, I. Karamancheva, and L. Topalova, "Determination of oxidation products in transformer oils using FT-IR spectroscopy," *Journal of Molecular Structure*, vol. 872, no. 1, pp. 18-23, 2008.
- [114] A. Durand, "Méthodes de sélection de variables appliquées en spectroscopie proche infrarouge pour l'analyse et la classification de textiles," Thèse de Doctorat, Université des Sciences et Technologie de Lille - Lille I, France, 2007.
- [115] S. Dumas, "Measuring of polymorphism IRTF spectrometry and chemometric. Application to the form polymorphe of CL20 (HexaazahexaNitroIsoWurtzitane / HNIW)," Thèse de Doctorat, Université Claude Bernard - Lyon I, Fance, 2003.
- [116] M. P. Zakharich, I. I. Zaitsev, V. P. Komar, F. N. Nikonovich, M. P. Ryzhkov, and I. V. Skorniyakov, "Analysis of Transformer Oil Using IR Analyzers," *Journal of Applied Spectroscopy*, vol. 68, no. 1, pp. 61-65, 2001/01/01 2001.
- [117] wikipedia. "Test de Chauvenet". Available: [https://fr.wikipedia.org/wiki/Test\\_de\\_Chauvenet](https://fr.wikipedia.org/wiki/Test_de_Chauvenet) (2014, 10-05-2015).



- [118] S. Aji, S. Tavoraro, F. Lantz, and A. Faraj, "Apport du bootstrap à la régression PLS : application à la prédiction de la qualité des gazoles," *Oil & Gas Science and Technology - Rev. IFP*, vol. 58, no. 5, pp. 599-608, 2003.
- [119] D. Wooton and S. Barry, "Using Infrared Spectroscopy in Used Engine Oils - Estimating Base Number," in *Practicing Oil Analysis*, ed, November 2005.